N° d'ordre : 426

THÈSE

présentée

A L'UNIVERSITÉ PAUL SABATIER DE TOULOUSE

pour obtenir

le grade de Docteur ès Sciences Physiques

par

Jean-Pierre COUDERC

Licencié ès Sciences
Ingénieur I. G. C.
Docteur-Ingénieur

TRANSFERT DE MATIÈRE EN FLUIDISATION LIQUIDE
Influence de la pulsation du courant d'alimentation

Soutenue le 4 Mars 1971 devant la Commission d'Examen

Jury : MM. H. GARDY — Président

J. FARRAN
R. BUGAREL
H. ANGELINO
P. TRAMBOUZE
— Examinateurs

T H E S E

présentée

A L'UNIVERSITE PAUL SABATIER DE TOULOUSE

pour obtenir

le grade de Docteur ès-Sciences Physiques

par

Jean-Pierre COUDERC

Licencié ès-Sciences
Ingénieur I.G.C.
Docteur-Ingénieur

T R A N S F E R T D E M A T I E R E E N F L U I D I S A T I O N L I Q U I D E

Influence de la pulsation du courant d'alimentation

Soutenue le 4 Mars 1971 devant la Commission d'Examen

J U R Y : M. H. GARDY — Président

MM. J. FARRAN, R. BUGAREL, H. ANGELINO, P. TRAMBOUZE — Examinateurs

Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41543907_0022

UNIVERSITE PAUL SABATIER TOULOUSE

DIRECTION DE L'UNIVERSITE

M. LARENG ..... Président
M. MATHIS ..... 1er Vice-Président
M. MARTIN ..... 2ème Vice-Président

S C I E N C E S

HONORARIAT

M. BLAIZOT ..... Doyen honoraire
M. CAPDECOMME .... Doyen honoraire, Recteur honoraire
M. DELTHEIL ..... Doyen honoraire, Recteur honoraire, Professeur honoraire
M. DUPOUY ..... Membre de l'Institut, Doyen honoraire, Directeur Général honoraire du C.N.R.S., Professeur honoraire
M. DURAND ..... Doyen honoraire
M. FOUCHE ..... Professeur honoraire
M. GAUSSENS ..... Professeur honoraire, Correspondant de l'Institut
M. JACQUES ..... Professeur honoraire
M. MIGNONAC ..... Professeur honoraire
M. MORQUER ..... Professeur honoraire, Correspondant de l'Institut
M. SECONDAT ..... Professeur honoraire
M. TEISSIE-SOLIER.. Professeur honoraire
M. VANDEL ..... Professeur honoraire, Membre de l'Institut

PROFESSEURS

M. ESCANDE ..... Mécanique des Fluides, Membre de l'Institut
M. CASTERAS ..... Géologie, Correspondant de l'Institut
M. BEDOS ..... Chimie
M. CAPDECOMME .... Minéralogie
M. DUPIN ..... Radioélectricité
M. NOUVEL ..... Biologie Générale
M. GALLAIS ..... Chimie, Correspondant de l'Institut
M. DURAND ..... Physique
M. FERT ..... Physique
M. DIEHL ..... Agronomie
M. LESBRE ..... Chimie Organique
M. BRUNEL ..... Physiologie Végétale
M. HURON ..... Mathématiques Appliquées
M. MARGULIS ..... Pédologie
M. TRICHE ..... Chimie Analytique et Spectrographie
M. LEDOUX ..... Zoologie Appliquée
M. RIVALS ..... Agriculture.
M. PERRIER ..... Physique
M. MATHIS ..... Chimie
M. ORLIAC ..... Géochimie et Minéralogie
M. LAFOURCADE .... Physique
M. ANGELIER ..... Zoologie
Melle de FERRE ... Botanique
M. FARRAN ..... Minéralogie et Géotechnique
M. LAUDET ..... Physique Théorique et Calcul Numérique
M. SERFATY ..... Biologie animale
M. NOUGARO ..... Hydraulique Générale et Appliquée
M. LAGASSE ..... Electrotechnique

M. GARDY ..... Génie Chimique
M. BLANC ..... Physique Nucléaire
M. BIREBENT ..... Electronique Appliquée
M. VOIGT ..... Chimie Minérale
M. LEREDDE ..... Botanique
M. LELUBRE ..... Géologie
M. TROCHAIN ..... Botanique
M. MASDUPUY ..... Chimie
M. LALAGUE ..... Mathématiques Générales
M. DESSENS ..... Physique du Globe, Correspondant de l'Institut
M. BOUIGUE ..... Astronomie
M. COUCHET ..... Physique
M. LEJEUNE ..... Chimie
M. LASCOMBES ..... Botanique
M. ASSELINEAU ..... Chimie Biologique
M. MAURET ..... Chimie Systématique
M. AGID ..... Physiologie
M. MONTANT ..... Cryptogamie
M. GAUTIER ..... Physique
M. CRUMEYROLLE ..... Mathématiques
M. GOURINARD ..... Géologie
M. PULOU ..... Minéralogie
M. CAMBOU ..... Physique Spatiale
M. MIQUEL ..... Chimie
M. LACOSTE ..... Electrotechnique
M. THIBAULT ..... Mécanique Rationnelle et Appliquée
M. MONTEL ..... Chimie Physique et Electrochimie
M. MASCART ..... Mathématiques
M. MEDIONI ..... Psychophysiologie
M. THIRRIOT ..... Hydrodynamique E.N.S.E.I.H.T.
M. BRENON ..... Géologie
M. LAFON ..... Calcul différentiel et intégral
M. RAYNAUD P. ..... Physiologie animale
M. ZALTA ..... Chimie biologique
M. SEVELY ..... Electrotechnique
M. POMMIEZ ..... Mathématiques
M. REY ..... Biologie Végétale
M. COULOMB ..... Physique
M. TRINQUIER ..... Physique
M. MARONI ..... Chimie
M. BEETSCHEN ..... Biologie Générale
M. GRUAT ..... Mécanique des Fluides (Hydraulique)
M. DERACHE ..... Physiologie Animale

PROFESSEURS ASSOCIES

M. MANSOUR
M. SAKUMA
M. PARKS

PROFESSEURS SANS CHAIRE

M. HAMANT	Botanique
Mme BRUNEL	Physiologie Végétale
Melle BERDUCOU ...	Physiologie Végétale
M. PICCA	Physique
M. MERIC	Mathématiques Appliquées
Mme LECAL	Zoologie
M. BUGAREL	Génie Chimique
M. MIROUSE	Géologie
M. PILOD	Physique
M. LARROQUE	Physique
M. BARRANS	Chimie
Mme LAFON	Mathématiques
Melle LAPEYRE	Mathématiques - Informatique
M. DAT	Mécanique des Fluides
M. JEANNIN	Chimie Minérale
M. BERTRAND	Chimie
M. SATGE	Chimie Organique
M. DESQ	Mathématiques
M. MAHENC	Chimie
M. LATTES	Chimie
M. ROCARD	Electronique
M. DEGEILH	Physique
M. FALLOT	Biologie Végétale (Viticulture et Arboriculture)
M. POILBLANC	Chimie
M. TOUZE	Physiologie Végétale
M. FRASNAY	Mathématiques
M. CASSAGNAU	Zoologie
M. GUERIN	Mathématiques

MAITRES DE CONFERENCES

M. BLANCHARD	Mathématiques
M. HOFFMANN	Electronique
M. BITSCH	Zoologie
M. FONTAN	Physique Nucléaire
M. PESCIA	Physique
M. SICARD	Biologie Génétique
M. CAUSSINUS	Mathématiques Appliquées
M. DE LOTH	Chimie Physique
M. MARTY	Physique Industrielle
M. BAUDRAS	Chimie Biologique
M. DURAND Ph.	Physique
M. LEFEUVRE	Electronique E.N.S.E.I.H.T.
M. SOUQUET	Géologie
M. SAPORTE	Physique
M. ATTEIA	Mathématiques
M. ENJALBERT	Chimie
M. IMBERT	Psychophysiologie
M. SCHNEIDER	Biologie cellulaire
M. ANGELINO	Génie Chimique
M. DABOSI	E.N.S.C.
M. CALVET	Mécanique des Fluides (E.N.S.E.I.H.T.)
M. PAGANI	Physique
M. CUPPENS	Mathématiques
M. MATHIEU	Chimie Analytique

MAITRES DE CONFERENCES (suite)

M. TRANNOY ..... Physique (E.N.S.E.I.H.T.)
M. CASTAGNETTO .... Mathématiques (E.N.S.E.I.H.T.)
M. GILOT ..... Génie Chimique (Institut du Génie Chimique)
M. LANTELME ..... Chimie Industrielle
M. CALMON ..... Techniques Agricoles
M. TRUCHASSON ..... Mécanique
Melle BARBANCE .... Mathématiques
M. VERDIER ..... Physique

MAITRES DE CONFERENCES ASSOCIES

M. PUN

CHARGES D'ENSEIGNEMENT

M. BEAUFILS ..... Informatique
M. DARROZES ..... Mécanique
M. PRADINES ..... Mathématiques
M. BARTHET Henri ... Mathématiques

PERSONNEL DE L'UNIVERSITE AFFECTE A
L'INSTITUT NATIONAL DES SCIENCES APPLIQUEES DE TOULOUSE

PROFESSEURS

M. ROQUES ..... Chimie Industrielle
M. GRATELOUP ..... Génie Electrique
M. MASO ..... Génie Civil

PROFESSEURS SANS CHAIRE

M. CASSIGNOL ..... Génie Electrique
M. COLLETTE ..... Physique

MAITRES DE CONFERENCES

M. FAGET ..... Physique
M. SCHUTTLER ..... Physique
M. MIRA ..... Génie Electrique
M. LETURCQ ..... Génie Electrique
M. SIRIEYS ..... Génie Civil
M. DURAND G. ..... Chimie
M. CARRARA ..... Physique

CHARGES D'ENSEIGNEMENT

M. BROUSSEAU ..... Physique
M. LACAZE Bernard .. Mathématiques

PERSONNEL DE L'UNIVERSITE AFFECTE A L'INSTITUT UNIVERSITAIRE DE TECHNOLOGIE DE TOULOUSE

M. MARTIN J-Claude	Génie Electrique
M. THENOZ Bernard	Génie Civil
M. PERENNOU Guy	Informatique
M. REY Gerard	Génie Electrique
M. CASTAN Serge	Informatique
M. GILLY Jean	Génie Mécanique
M. VEDRENNE Gilbert	Mesures Physiques

ADMINISTRATION

M. PRINEAU ..... Secrétaire Général de l'Université Paul Sabatier

-:-:-:-:-:-:-:-

A Nicole,

Monsieur le Professeur H. GARDY, Directeur de l'Institut du Génie Chimique, a bien voulu m'honorer de sa confiance en m'accueillant dans son Etablissement et en me permettant d'y effectuer ces recherches. Je le prie de bien vouloir trouver ici l'expression de ma profonde gratitude.

Monsieur ANGELINO, Maître de Conférences à l'Institut du Génie Chimique, a dirigé cette étude. Les encouragements et surtout les conseils qu'il n'a cessé de me prodiguer m'ont grandement facilité la tâche. Qu'il me soit permis de lui exprimer toute ma reconnaissance.

Je tiens à remercier Monsieur FARRAN, Directeur Général de l'Institut National des Sciences Appliquées de Toulouse, Monsieur BUGAREL, Professeur à l'Institut du Génie Chimique et Monsieur TRAMBOUZE, Directeur Technique du Centre de Recherches de l'Institut Français du Pétrole, à Solaize, d'avoir accepté de siéger au Jury de cette thèse.

Au cours de ce travail, l'aide technique de Monsieur KONKOLEWSKI m'a été particulièrement précieuse et je veux ici lui exprimer mes remerciements.

Je ne saurais oublier la part de travail qui revient au personnel de l'Institut du Génie Chimique. Sa constante et aimable collaboration m'a permis de mener à bien la réalisation matérielle de l'appareillage expérimental.

- TABLE DES MATIERES -

Pages

INTRODUCTION 1

CHAPITRE 1 - DISPOSITIFS EXPERIMENTAUX

1 - Unité de fluidisation 5
1-1 - La colonne et ses annexes 5
1-2 - Le système de pulsation 7
1-3 - Le circuit d'eau 7
2 - Machine à comprimer 8
3 - Produits 9

CHAPITRE 2 - LE PHENOMENE DE PASSAGE PREFERENTIEL

1 - Introduction 12
2 - Les passages préférentiels et leur élimination 13
2-1 - Système de détection des passages préférentiels .. 13
2-2 - Constitution de couches fluidisées sans passage préférentiel 14
2-3 - Mécanisme du passage préférentiel 17
2-4 - Remarques 18
3 - Influence des passages préférentiels sur quelques propriétés hydrodynamiques 19
3-1 - Perte de charge à travers la couche 20
3-2 - Expansion des couches fluidisées 23
3-3 - Homogénéité des couches fluidisées 27
4 - Conclusions 27

CHAPITRE 3 : ETUDE HYDRODYNAMIQUE DES COUCHES FLUIDISEES PULSEES

1 - Introduction 30
2 - Techniques expérimentales 30
3 - Description des couches pulsées 31

4 - Perte de charge à travers la couche 33

5 - Degré de vide de la couche 37

6 - Débit minimum de fluidisation 40

7 - Influence de la fréquence de pulsation sur la perte de charge 40

8 - Conclusions 42

ANNEXE 44

CHAPITRE 4 : TRANSFERT DE MATIERE PAR DIFFUSION EN FLUIDISATION LIQUIDE

I - ANALYSE BIBLIOGRAPHIQUE 47

1 - Généralités 47

2 - Résultats antérieurs 50

2-1 - Dissolution en couches fluidisées 50

2-2 - Assemblages rigides de particules 52

2-3 - Conclusions 54

3 - Etude critique 55

3-1 - Relation de la forme $Sh = \frac{B}{\varepsilon} Re^{n} Sc^{1/3}$ 55

3-2 - Divergences entre les divers résultats 56

3-3 - Influence du degré de vide sur le transfert de matière 58

4 - Conclusions 59

II - ETUDE EXPERIMENTALE 61

1 - Mode opératoire 61

1-1 - Appareillage 61

1-2 - Produits 61

1-3 - Mesure du transfert de matière 62

1-4 - Remarques 64

2 - Etude préliminaire 65

2-1 - Vérifications de la méthode de mesure 65

2-2 - Dilution à l'aide de billes de verre 68

2-3 - Conclusions 69

3 - Influence du degré de vide 69

3-1 - Relation de forme exponentielle entre ($Sh\ Sc^{-1/3}$) et ε 73

3-2 - Relation de forme exponentielle entre ($Sh\ Sc^{-1/3}$) et $1-\varepsilon$ 74

3-3 - Conclusions 75

4 - Dilution des particules solides 76

5 - Conclusions 79

CHAPITRE 5 : INFLUENCE DE LA PULSATION SUR LE TRANSFERT DE MATIERE PAR DIFFUSION EN FLUIDISATION LIQUIDE

1 - Introduction 83

2 - Résultats 84

3 - Conclusions 88

CONCLUSIONS 91

BIBLIOGRAPHIE 96

NOMENCLATURE 98

-:-:-:-:-:-:-

- INTRODUCTION -

La fluidisation est un procédé suffisamment utilisé dans l'industrie pour qu'il soit inutile d'insister sur son importance. Ses applications les plus fréquentes se rencontrent dans le domaine des réactions entre un fluide et un solide, ou des réactions entre deux fluides en catalyse hétérogène. De nombreux travaux ont été entrepris dans le monde entier pour tenter de découvrir les phénomènes qui sont alors mis en jeu et pour proposer des relations permettant le calcul prévisionnel des appareillages nécessaires.

Depuis quelques années l'INSTITUT du GENIE CHIMIQUE participe à l'effort général, mais l'orientation qu'il a donnée à l'ensemble de ses recherches repose sur une idée originale. Nous pensons que, s'il est fondamental de résoudre les divers problèmes posés par la fluidisation, il peut être non moins intéressant de modifier par un artifice quelconque la structure des couches fluidisées de façon à orienter leurs propriétés dans un sens déterminé. C'est ainsi que nous nous sommes préoccupé de l'agitation mécanique des couches en fluidisation gazeuse et de son influence sur les transferts thermiques. C'est aussi dans ce cadre que s'insère le travail que nous allons rapporter et qui est consacré à l'étude de l'influence d'une pulsation du courant liquide alimentant une unité de fluidisation sur les transferts de matière entre liquide et solide.

A l'origine, c'est dans le domaine de l'extraction liquide-liquide que les équipes de chercheurs de l'INSTITUT du GENIE CHIMIQUE se sont préoccupées de problèmes de pulsation. D'une façon très générale, la pulsation joue vis à vis du transfert de matière un rôle multiple. Tout d'abord elle assure la dispersion d'une des phases dans l'autre, créant ainsi une surface de contact importante. Ensuite elle modifie les caractéristiques des écoulements des deux phases ce qui peut entraîner tout d'abord un changement du temps de contact entre gouttelettes de phase dispersée et phase continue, ensuite des phénomènes de mélange en retour, et enfin une modification de l'état hydrodynamique local au niveau de l'interface entre les gouttelettes et la phase continue. Un certain

nombre de recherches ont été réalisées à l'INSTITUT du GENIE CHIMIQUE en ce qui concerne les phénomènes de modification du temps de séjour et de mélange en retour. Mais dans le cas des études locales au niveau de l'interface, il est très difficile, sinon impossible, de faire le partage entre l'influence de variations de l'aire d'échange et l'influence de variations de l'état hydrodynamique local. Le choix d'un système solide-liquide, en éliminant toute possibilité de modification de l'aire d'échange, doit permettre d'étudier de façon plus précise les variations éventuelles de turbulence locale et leur influence.

Donc l'étude entreprise relève de deux préoccupations différentes et peut conduire à deux résultats distincts. Si la pulsation améliore les transferts de matière entre solide et liquide, cela offrira une solution technique nouvelle au problème de la réduction de dimension des réacteurs en fluidisation liquide. Par ailleurs, et quelle que soit l'influence de la pulsation sur les transferts de matière, il sera possible d'obtenir des renseignements utiles en extraction liquide-liquide.

Nous avons adopté un programme de travail comportant quatre parties différentes.

Dès les premiers essais de mise en fluidisation, nous avons constaté l'existence au sein des couches obtenues de passages préférentiels intenses. Une étude bibliographique n'ayant pas fourni de renseignements suffisants pour permettre de comprendre le mécanisme de formation de ces hétérogénéités et surtout de trouver le moyen de les éliminer, nous avons consacré la première partie de ce travail à l'étude des passages préférentiels.

Dans une seconde partie nous avons voulu déterminer un certain nombre de caractéristiques hydrodynamiques simples des couches fluidisées pulsées, afin de préciser le cadre des recherches ultérieures sur les transferts de matière. Bien que les prétentions de ce travail soient des plus modestes, sa réalisation s'est avérée longue et fastidieuse car la pulsation impose l'utilisation de dispositifs expérimentaux particuliers qui augmentent considérablement la durée des mesures tout en diminuant leur précision.

Avant de pouvoir déterminer l'influence de la pulsation sur les transferts de matière, il était nécessaire dans un premier stade de mesurer leur intensité en couche fluidisée non pulsée. Un certain nombre de difficultés

sont alors apparues, car nos résultats se sont révélés en désaccord avec les conclusions de nombreux auteurs. Nous avons dû effectuer une série de vérifications de la méthode expérimentale et finalement donner à cette étude une extension relativement importante.

La dernière partie de ce travail enfin, a été consacrée à l'étude de l'influence de la pulsation sur le transfert de matière en couche fluidisée entre le solide et le liquide.

Après avoir décrit les divers dispositifs expérimentaux que nous avons utilisés, nous rapporterons les résultats que nous avons obtenus.

o

o o

- C H A P I T R E 1 -

DISPOSITIFS EXPERIMENTAUX

—— o ——

Nous avons réuni dans le chapitre 1 la description de tous les dispositifs expérimentaux que nous avons utilisés. Il est certain que les raisons qui nous ont guidé dans la conception des installations ne pourront pas toujours être développées à ce niveau et qu'il sera difficile de rendre compte des modifications successives que nous avons dû faire subir à certaines parties de l'appareillage. En outre, d'un point de vue plus formel, la transition entre les paragraphes successifs, consacrés à des sujets différents, pourra parfois sembler artificielle.

Nous pensons cependant que ce procédé présente des avantages importants car d'une part, en regroupant tous les renseignements techniques, il peut faciliter au lecteur la recherche du détail qui l'intéresse et d'autre part il permet de simplifier et d'alléger la rédaction des chapitres suivants.

1 - UNITE DE FLUIDISATION.-

Parmi les divers dispositifs expérimentaux, c'est l'élément le plus important que nous avons utilisé tout au long de notre travail. Nous fournissons figure 1 une photographie de cette unité de fluidisation et figure 2 un schéma de principe.

Nous distinguerons :

- la colonne et ses annexes
- le système de pulsation
- le circuit d'eau.

1-1 - LA COLONNE ET SES ANNEXES.-

De bas en haut nous rencontrons le système de distribution d'eau, la colonne, et le système de déverse.

Nous avons été amenés à utiliser trois systèmes de distribution d'eau différents. Le premier n'a pas permis d'obtenir des couches de structure hydrodynamique satisfaisante et nous décrirons dans le chapitre suivant la méthode qui nous a permis de mettre au point les deux suivants.

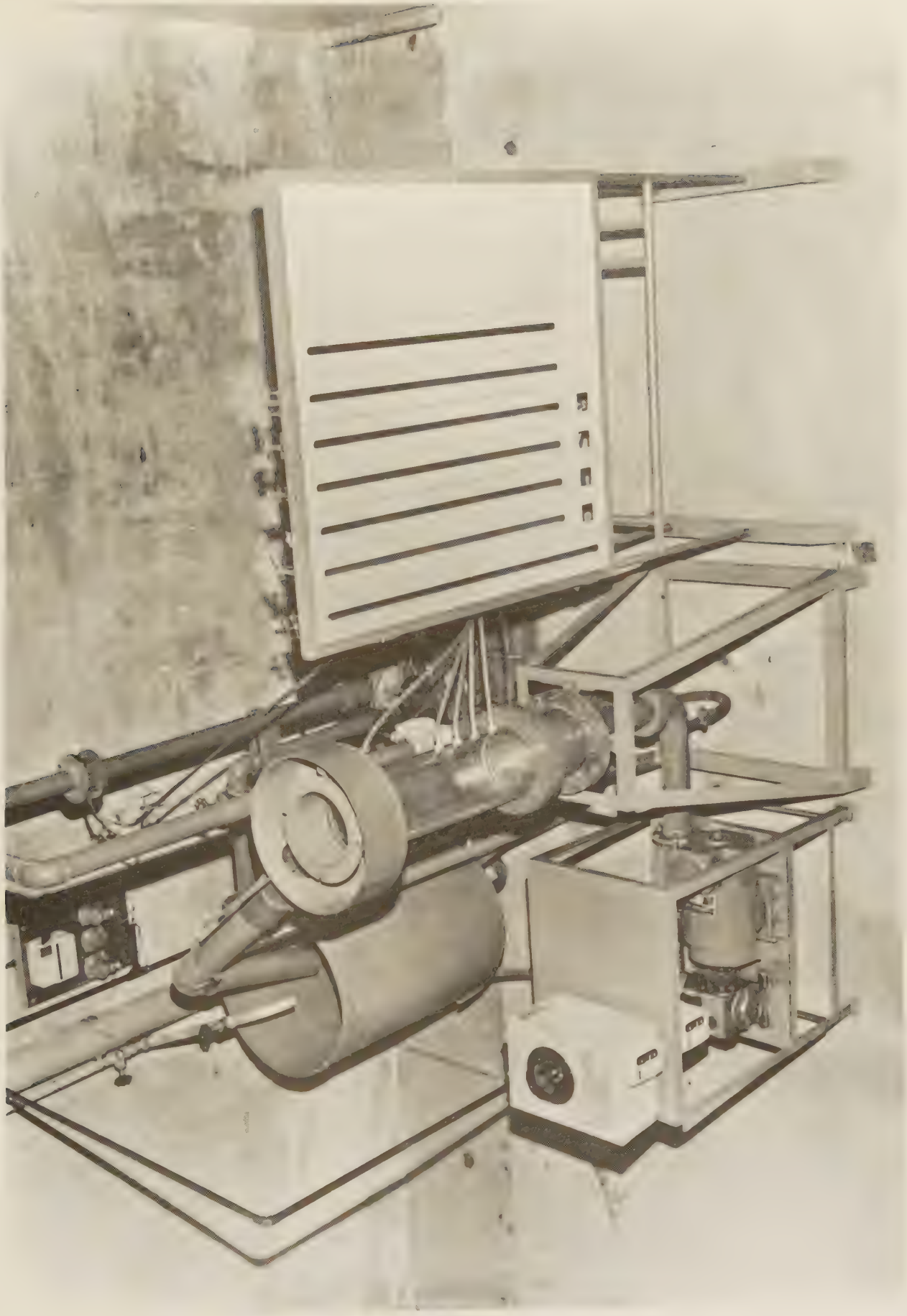


FIG. 1

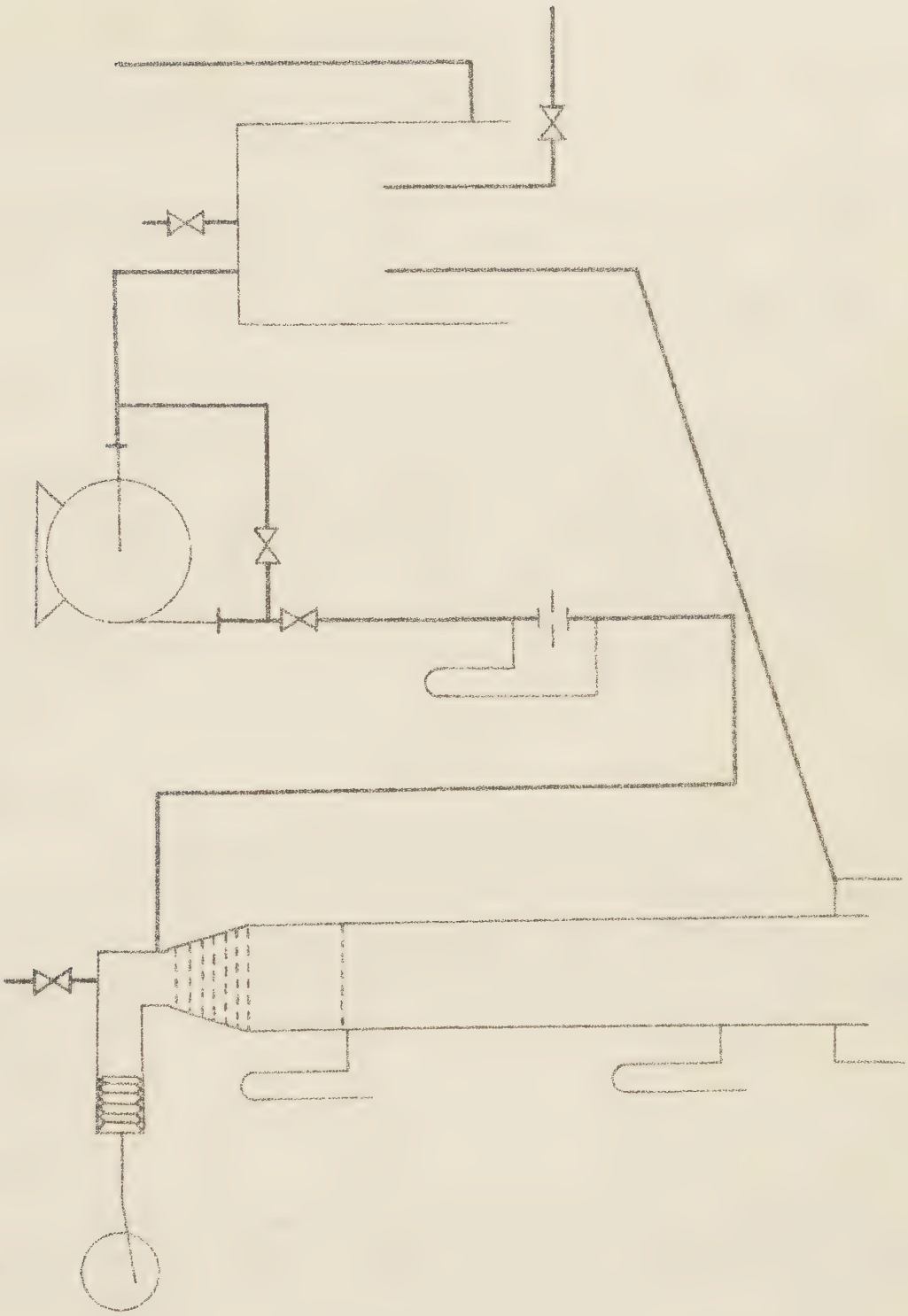


FIG. 2

Dans la suite nous appellerons :

Plaque perforée n° 1 une plaque percée de trous de 2 mm de diamètre répartis en maille triangulaire de 4,2 mm de côté.

Plaque perforée n° 2 une plaque percée de trous de 1 mm de diamètre répartis en maille triangulaire de 4,2 mm de côté.

Les systèmes de distribution sont constitués comme suit.

Numéro 1 :

Il comprend un ensemble de 6 plaques perforées de trous de 3 mm de diamètre répartis en maille triangulaire de 5 mm de côté. Ces plaques sont soudées à égales distances les unes des autres dans une partie conique de 270 mm de long située sous la colonne. Entre les deux plaques supérieures sont disposées des billes de verre de 6 mm de diamètre, constituant une couche fixe d'environ 50 mm d'épaisseur. A la base de la colonne est placée une plaque perforée n° 1.

Numéro 2 :

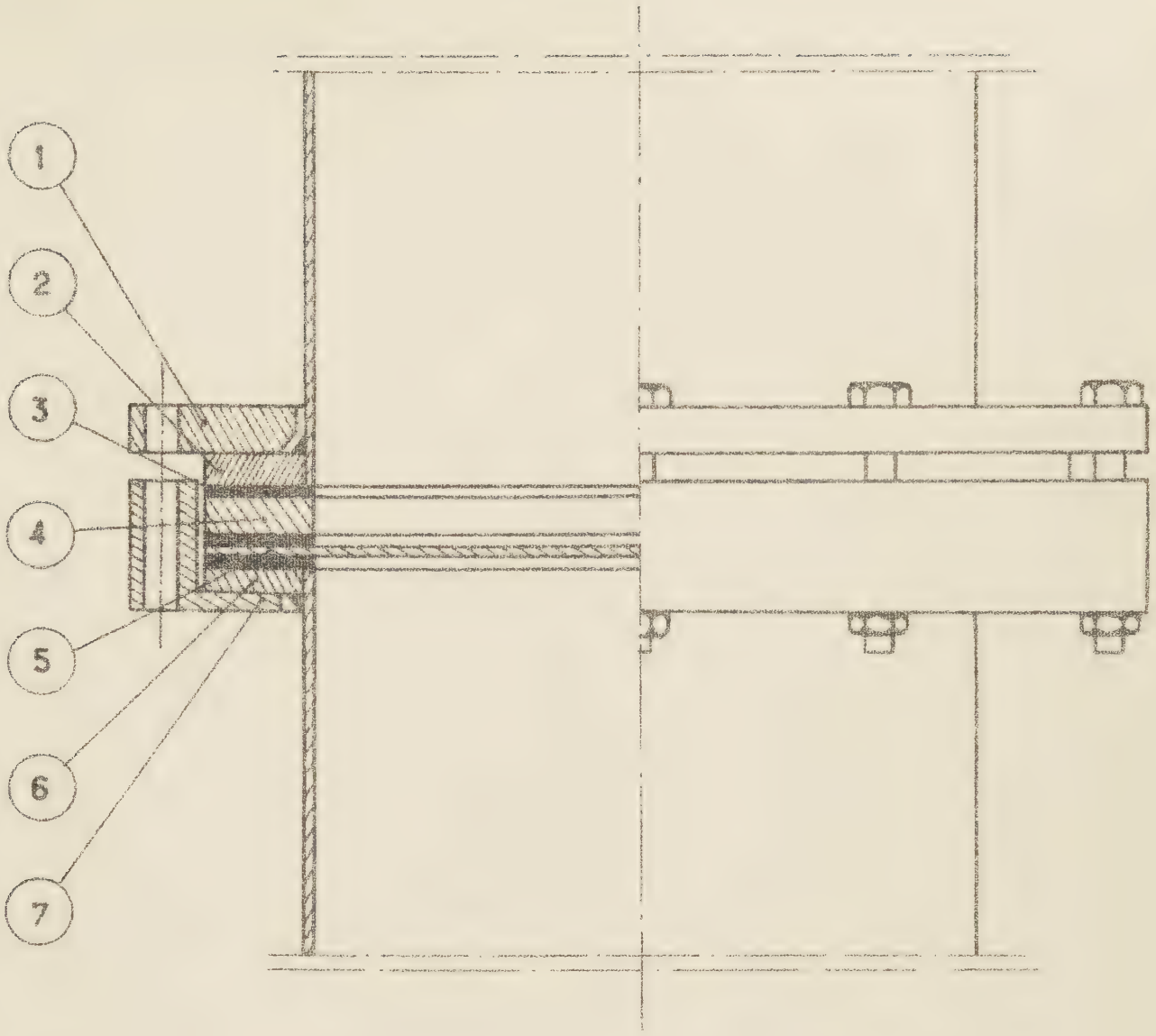
A l'exception de la petite couche fixe de billes de verre, le dispositif précédent est conservé. En supplément un cylindre de 192 mm de diamètre intérieur et de 200 mm de haut est placé entre la partie conique et la colonne de mesure. Ce cylindre est rempli de billes de verre de 6 mm de diamètre, disposées aussi régulièrement que possible et maintenues par deux plaques perforées n° 1.

Numéro 3 :

Il est identique au système n° 2, mais les billes de verre de 6 mm sont remplacées par des billes de verre de 2 mm de diamètre et les plaques perforées n° 1 par des plaques n° 2.

La colonne de mesure est un cylindre en Altuglas de 192 mm de diamètre intérieur et de 600 mm de haut. Le long d'une génératrice de ce cylindre sont disposées six prises de pression. La figure n° 3 représente l'assemblage entre la colonne et le système de distribution. On distingue de bas en haut la bride placée au sommet du système de distribution, la plaque perforée, une bride en afcodur sur laquelle sont disposées des prises de pression et enfin la bride en afcodur constituant le bas de la colonne de mesure. Le serrage de cet ensemble est assuré par deux brides en acier.

La figure n° 4 représente le système de déverse et son assemblage avec le haut de la colonne de mesure.



1	Bride folle	Acier
2	Bride folle	Afcodur
3	Joint	Klingerite
4	Bride avec prise de pression	Afcodur
5	Plaque perforee	Acier
6	Bride	Acier
7	Bride folle	Acier

FIG. 3

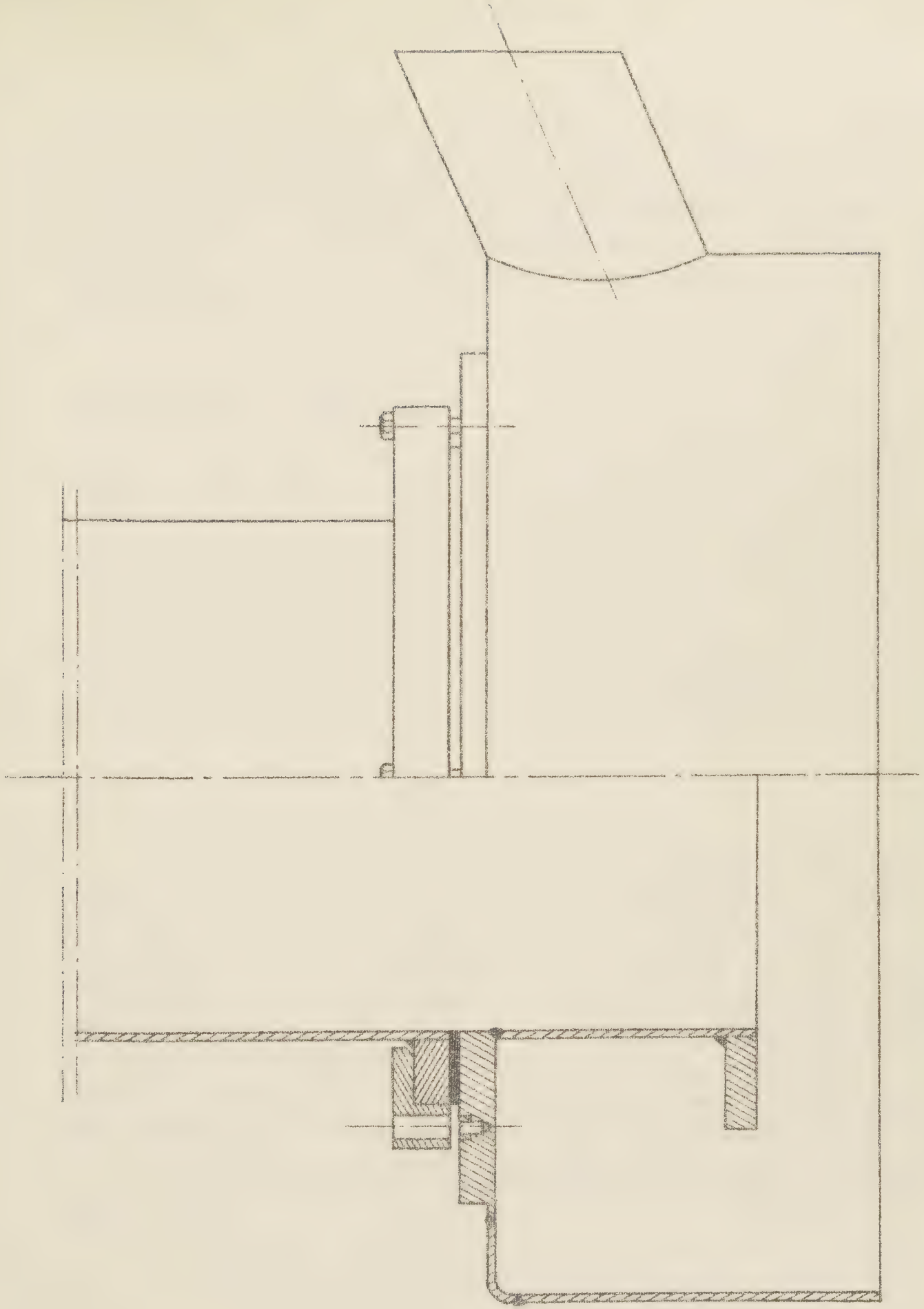


FIG. 4

L'eau s'écoule par trop-plein sur toute la périphérie de la colonne, afin d'éviter toute asymétrie dans l'écoulement. Elle est recueillie dans un espace annulaire délimité d'une part par la paroi extérieure de la colonne, d'autre part par un cylindre de plus grand diamètre, et un fond plat. L'eau s'écoule ensuite par une canalisation en plastique, soit vers le bac à niveau constant, soit vers le caniveau.

1-2 - LE SYSTEME DE PULSATION.-

Le piston est constitué par un soufflet en téflon déformable guidé par un tube en verre calibré. L'entraînement est assuré par un moteur à courant continu de puissance 1,1 kW, accouplé à un réducteur mécanique de rapport de réduction 7,5. La transformation du mouvement de rotation en mouvement de translation est assurée par un système bielle-manivelle ; la longueur du bras de manivelle étant réglable, il est possible d'ajuster la course du piston à la valeur désirée. Le moteur est alimenté à partir du réseau alternatif par l'intermédiaire d'un système redresseur et un rototransformateur agissant sur la tension d'excitation permet de régler sa vitesse de rotation.

1-3 - LE CIRCUIT D'EAU.-

Une cuve de 600 mm de diamètre et de 800 mm de haut, comportant une vidange et un trop plein constitue un réservoir à niveau constant à l'aspiration d'une pompe centrifuge de débit maximum 40 m^3/h. Au refoulement de la pompe, une tuyauterie permet de recycler une partie de l'eau vers la tuyauterie d'aspiration. La canalisation amenant l'eau vers la colonne décrit dans un plan vertical une boucle de 2 m de haut environ dans la partie ascendante de laquelle est disposé un diaphragme permettant de mesurer les débits. A la base de la colonne, un élément conique de 270 mm de long permet de raccorder la canalisation constituée par un tube de 50/60 à la colonne de diamètre intérieur 192 mm.

Nous avons organisé la circulation de l'eau suivant plusieurs schémas différents :

1°/ - Fonctionnement en circuit fermé

Après avoir traversé la colonne, l'eau est renvoyée dans le réservoir à niveau constant. Dans ce cas, la pompe provoquant un échauffement non négligeable, la température de l'eau augmente progressivement. Pour stabiliser cette température nous avons, soit maintenu dans le réservoir à niveau constant une faible alimentation en eau froide du réseau, avec évacuation par le trop-plein, soit immergé dans le réservoir un serpentin alimenté en eau froide du réseau.

2°/ - Fonctionnement en circuit ouvert

Après utilisation l'eau est rejetée au caniveau. Le réservoir à niveau constant est alimenté en permanence par l'eau du réseau avec un débit suffisant pour maintenir une légère déverse dans la canalisation de trop-plein. La température de l'eau du réseau, en provenance d'un château d'eau, est stable et de l'ordre de 13 à 14°C.

2 - MACHINE A COMPRIMER.-

Le but de notre travail est de déterminer l'influence éventuelle d'une pulsation du courant liquide sur l'intensité du transfert de matière par diffusion entre les particules solides et le liquide constituant une couche fluidisée et nous avons choisi d'utiliser comme liquide l'eau, et comme solide l'acide benzoïque.

Dans une première étape, nous avons dû fabriquer, à partir de la poudre disponible dans le commerce, des particules d'acide benzoïque de forme et de dimensions bien précises. Après divers essais, nous avons retenu un procédé par compression qui permet d'obtenir des particules de forme sensiblement sphérique.

La figure n° 5 est une photographie de la machine à comprimer, de type assez ancien, que nous avons utilisée. Le principe de fonctionnement est très simple : un trou cylindrique percé dans une matrice sert de guide à deux poinçons en acier spécial creusés à leurs extrémités en forme de demi-sphère et assurant la compression ; la poudre est alimentée à l'aide d'un sabot mobile qui, en outre, est utilisé lors de l'éjection des particules. L'entraînement est assuré par un moteur électrique.

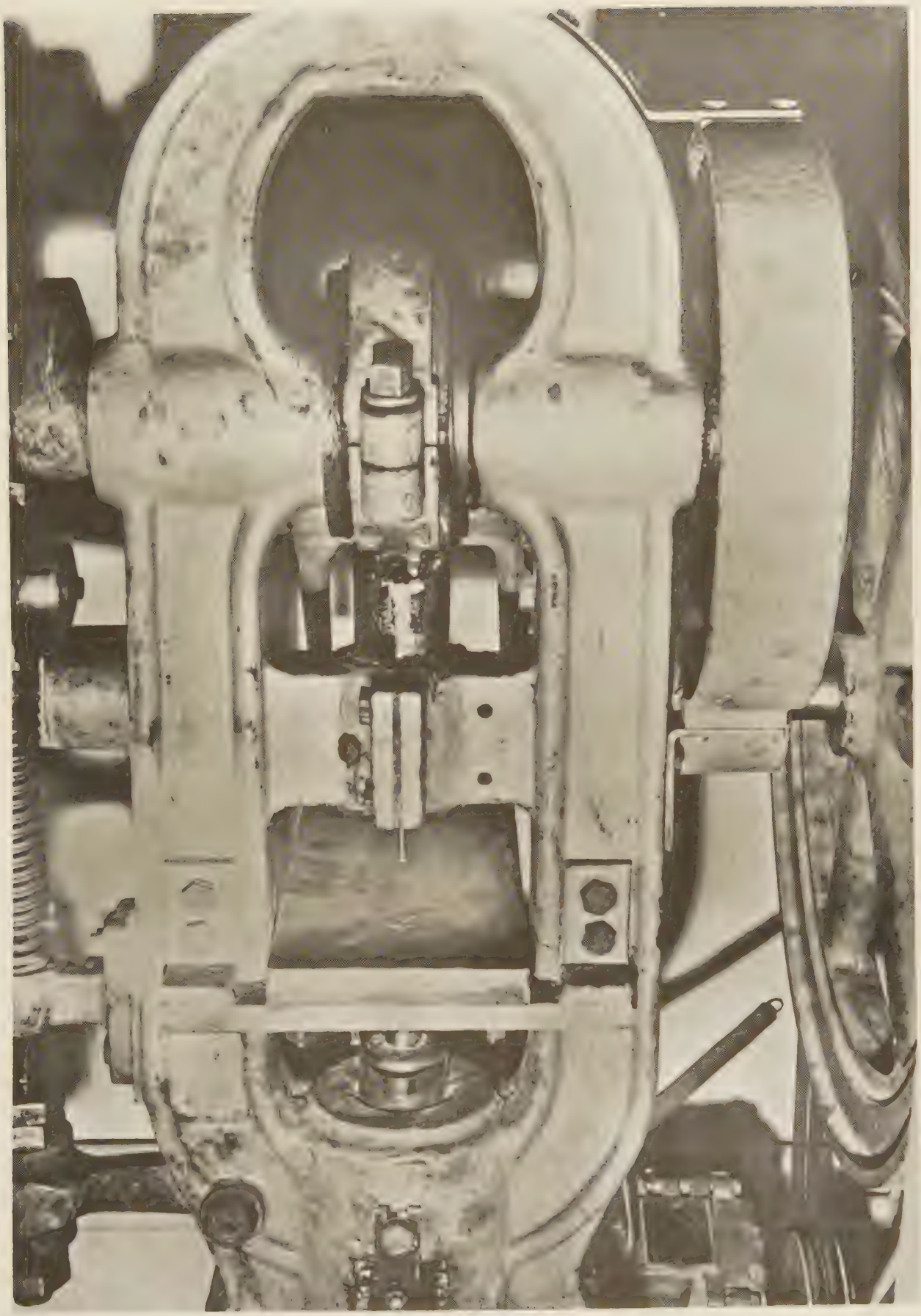


FIG. 5

La machine à comprimer était prévue initialement pour la fabrication de pastilles cylindriques. Les modifications que nous avons dû effectuer afin de donner aux particules solides une forme aussi voisine que possible de la sphère ont entraîné un certain nombre de difficultés.

- L'extrémité des poinçons a été creusée en forme de demi-sphère à l'aide de meules sphériques entraînées à grande vitesse par une turbine à air comprimé.

- De par leur forme, les poinçons subissaient pendant la compression des contraintes radiales importantes, résultant souvent en une cassure dans le sens longitudinal. Après divers essais, nous avons retenu l'acier spécial norme AFNOR Z 180 C 13.

- Lors de l'éjection le poinçon inférieur remonte jusqu'au niveau de la matrice, le sabot mobile avance et repousse la pastille formée. Si cette phase ne présente aucune difficulté dans le cas de pastilles cylindriques, par contre dans le cas des particules sphériques, il peut y avoir cassure de la pastille, la partie inférieure restant dans la cavité creusée à l'extrémité du poinçon. Nous avons obtenu une éjection convenable en fixant sur la partie avant du sabot métallique une plaque de caoutchouc qui amortit les chocs et évite les bris de particules.

3 - PRODUITS.-

Nous avons utilisé trois séries de billes de verre de diamètres nominaux respectivement 2, 4 et 6 mm. La masse spécifique du verre, mesurée au picnomètre, est de 2600 kg/m^3. L'analyse d'agrandissements de photographies d'échantillons de billes a montré que la sphéricité est très bonne ; en outre, elle a permis de déterminer les diamètres moyens réels des billes de verre qui sont de 2,05, 3,92 et 5,97 mm , les écarts maxima autour de ces valeurs moyennes étant respectivement de 9 %, 4 % et 6 %.

Les particules d'acide benzoïque obtenues par compression ont la forme indiquée par le schéma fourni figure 6.

La dimension A fixée par le diamètre du trou percé dans la matrice est égale à 6 mm.

Nous avons toujours réglé la course des poinçons de façon à ce que B soit approximativement égal à A. Etant donnée l'imprécision des divers réglages sur la machine à pastiller, il était impossible d'obtenir une valeur pour H inférieure à 1 mm. Cette valeur H, en outre, dépend de la profondeur à laquelle les poinçons ont été creusés. Suivant les cas elle a donc varié, mais sans jamais dépasser 3 mm.

Pour chaque charge, la masse moyenne des particules est déterminée par pesée à la balance de précision d'un certain nombre d'échantillons. La masse spécifique des particules est mesurée au picnomètre, à l'aide d'eau saturée en acide benzoïque. Elle a évolué entre 1230 et 1290 kg/m^3.

o

o o

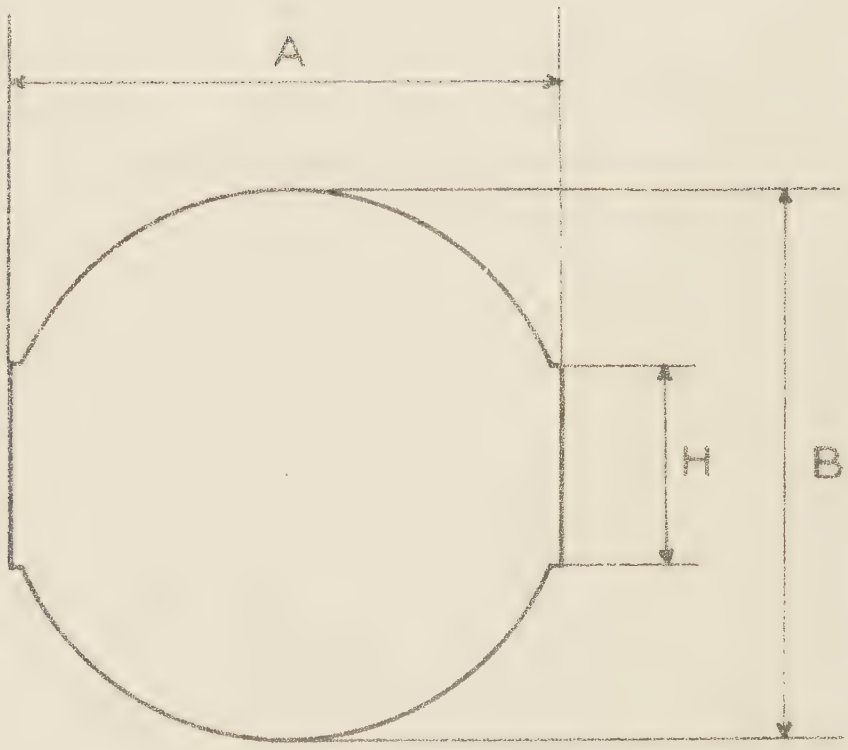


FIG. 6

- C H A P I T R E 2 -

LE PHENOMENE DE PASSAGE PREFERENTIEL

— o —

1 - INTRODUCTION.-

Les couches fluidisées formées à l'aide de liquides ont, généralement, une texture homogène. Leur expansion est régulière ; les particules solides qui les constituent se déplacent individuellement et leurs mouvements ont un caractère aléatoire. De telles couches sont dites "particulaires". Toutefois, certains auteurs ont mis en doute la validité d'une représentation aussi schématique. C'est ainsi que ANDRIEU [1] a, le premier, montré l'existence d'hétérogénéités dans certains lits en fluidisation liquide, et plus récemment HASSET [2] a même suggéré que la fluidisation particulaire, telle que nous l'avons décrite, n'est qu'un cas idéal, pratiquement irréalisable. En effet, l'observation précise des couches en fluidisation liquide montre que très souvent des phénomènes hydrodynamiques particuliers s'y développent, qui détruisent l'homogénéité de l'ensemble. On peut les classer en trois grandes catégories : les bulles, les vides partiels, les passages préférentiels.

Les bulles, cavités en forme de sphères ou de calottes sphériques ne renfermant pratiquement pas de particules solides, n'apparaissent généralement qu'au sein de systèmes caractérisés par une grande différence de densité entre le solide et le liquide, par exemple le système eau-plomb [3].

Les vides partiels, strates à faible concentration de solide, naissent au fond du lit et se propagent les uns à la suite des autres jusqu'au sommet. Il semble qu'ils apparaissent de façon générale pour des valeurs assez élevées du débit liquide. Le mécanisme de leur formation et de leur évolution, encore mal connu, a cependant été l'objet d'un certain nombre de travaux [2, 4, 5, 6].

Les passages préférentiels, enfin, sont caractérisés par une distribution non uniforme de la vitesse du liquide dans une section du lit : certaines tranches verticales sont irriguées préférentiellement. Ceci se traduit dans ces régions par un mouvement des particules solides plus intense et de direction générale verticale ascendante. Dans les autres parties du lit la vitesse d'écoulement du liquide est plus faible, les mouvements solides moins intenses et de direction générale descendante.

Les passages préférentiels ont été signalés par quelques auteurs [1, 2, 7, 8, 9, 10] qui les considèrent le plus souvent comme des anomalies dont la présence permet de rendre compte d'un certain nombre de divergences entre résultats expérimentaux et prévisions théoriques. L'étude la plus importante est due à ANDRIEU [1] qui a proposé l'utilisation d'un indice "de renardage" permettant de caractériser l'état hydrodynamique de la couche. Toutefois, à notre connaissance, aucune étude systématique du phénomène, de ses causes et conséquences, n'a été entreprise.

Cependant, l'existence dans une couche fluidisée de passages préférentiels pose, quelle que soit l'étude envisagée, un problème délicat. En effet, si les chercheurs s'accordent généralement à reconnaître que les bulles ou les vides partiels sont des facteurs d'hétérogénéité dont l'existence est liée aux propriétés mêmes de la couche, rien n'est moins certain en ce qui concerne les passages préférentiels : sont-il inhérents aux propriétés de la fluidisation liquide, ou bien sont-il dus à des imperfections de l'appareillage et essentiellement du système de distribution du courant liquide ? Peut-on espérer supprimer les passages préférentiels en améliorant les dispositifs expérimentaux utilisés ? Quels critères doit-on utiliser pour juger de la qualité de l'appareillage ?

Les premiers essais de notre installation de mise en fluidisation, équipée du système de distribution d'eau n° 1, ayant mis en évidence l'existence au sein des couches obtenues de passages préférentiels très intenses, nous avons essayé de répondre, au moins en partie, à ces questions.

L'observation directe des couches fluidisées ne nous ayant pas semblé être un critère suffisant, nous avons proposé un dispositif expérimental simple, permettant de mettre en évidence l'existence de passages préférentiels. A l'aide de ce dispositif, nous avons pu suivre l'évolution de la texture des couches lors des diverses modifications que nous avons apportées au système de distribution liquide et mettre au point empiriquement un appareillage qui fournit des lits qui, à la précision du système de détection utilisé, ne présentent pas de passages préférentiels. Nous avons enfin comparé les résultats d'études hydrodynamiques simples effectuées sur des milieux avec et sans passages préférentiels.

2 - LES PASSAGES PREFERENTIELS ET LEUR ELIMINATION.-

2-1 - SYSTEME DE DETECTION DES PASSAGES PREFERENTIELS.-

La non-uniformité de distribution de vitesse du courant liquide, caractéristique du phénomène de passage préférentiel, doit se traduire par des variations locales permanentes du degré de vide du milieu fluidisé. La relation

$$\frac{\Delta P}{L} = (1 - \varepsilon)\,(\rho_s - \rho_l)\,g$$

indique alors que la perte de charge subie par l'eau à la traversée du lit ne doit pas être la même pour la tranche verticale dans laquelle se développe le passage préférentiel que pour le reste de la couche.

Nous avons vérifié ce fait en plaçant, immédiatement au-dessus de la plaque perforée constituant le fond du lit, une bride percée de quatre prises de pression réparties régulièrement à 90° les unes des autres. La symétrie du système de déverse de l'eau permet de n'utiliser, dans le milieu liquide au-dessus de la couche fluidisée, qu'une seule prise de pression. Nous avons branché un manomètre entre chaque prise de pression inférieure et la prise supérieure et nous avons pu ainsi mettre en évidence des différences significatives entre les valeurs de la perte de charge subie par le fluide à la traversée de la couche, indiquées par chacun des quatre manomètres.

Dans la suite de notre travail, c'est l'existence de différences entre ces quatre valeurs de la perte de charge que nous avons utilisée comme critère de la présence de passages préférentiels.

Il faut remarquer que le système proposé ne permet pas de détecter un passage préférentiel qui se développerait symétriquement dans la colonne. Cependant, le mode opératoire adopté, qui consiste à expérimenter sur une plage assez étendue de débits, élimine cet inconvénient, car les passages préférentiels ont tendance à se déplacer lorsque le débit varie. Il est donc très improbable qu'un passage préférentiel reste dans une position symétrique pendant toute la durée des expériences. Si, pour une certaine valeur du débit le détecteur ne fournit pas de différences significatives, il en indiquera pour d'autres. Si éventuellement le cas contraire se produisait, l'observation directe de la couche permettrait sans doute de pallier cette défaillance du système. Au cours de cette étude, nous n'avons jamais rencontré une telle disposition du passage préférentiel.

2-2 - CONSTITUTION DE COUCHES FLUIDISEES SANS PASSAGE PREFERENTIEL.-

Nous avons étudié successivement les trois séries de billes de verre de diamètres nominaux 2, 4 et 6 mm dont les caractéristiques sont précisées chapitre 1, et dans tous les cas les phénomènes observés ont été identiques. Dans la suite, nous examinerons en détail les résultats obtenus avec les billes de 4 mm de diamètre et nous résumerons ceux obtenus avec les deux autres séries.

Avec le dispositif de distribution d'eau n° 1, le système de détection des passages préférentiels permet d'obtenir des résultats dont la figure 7 est un exemple : les quatre valeurs de la perte de charge sont assez nettement différentes. Au contraire, l'utilisation du système de distribution d'eau n° 2 nous a permis d'obtenir les résultats rapportés sur les figures 8 et 9 respectivement avec des masses de billes de verre égales à 4,2 kg et 15,5 kg.

En comparant les figures 7 et 8 on constate que, pour la gamme de débits utilisée, la dispersion des résultats expérimentaux est maintenant beaucoup moins importante. En moyenne, la différence entre les quatre valeurs de la perte de charge est de 2 mm, c'est-à-dire de l'ordre des erreurs de mesure. On obtient cependant des différences plus élevées, atteignant même six millimètres dans la zone des faibles débits, ce qui nous a conduit à tracer deux courbes différentes. Il faut remarquer que ces courbes ont maintenant des allures régulières très semblables, alors que, sur la figure 7, elles présentaient d'assez nombreux accidents. Il apparaît néanmoins que, pour les faibles valeurs du débit, le système de distribution utilisé conduit encore à des couches présentant un certain degré d'hétérogénéité. Si nous examinons la figure 9 par contre, nous constatons que les résultats obtenus sont beaucoup plus satisfaisants et les quatre valeurs de la perte de charge restent égales, aux erreurs de mesure près, quel que soit le débit considéré. Ceci indique qu'il est plus facile d'obtenir une couche de texture régulière lorsque la hauteur de produit est importante.

Malgré les quelques imperfections du système dans le cas des couches peu épaisses nous l'avons adopté pour nos expériences. Ce système de distribution d'eau n° 2 s'est révélé entièrement satisfaisant pour les billes de verre de 6 mm de diamètre. Toutes les courbes obtenues, même pour 4,200 kg de produit, sont analogues à celle de la figure 9. Par contre, il a été nécessaire de modifier le système de distribution pour les billes de verre de 2 mm de diamètre qui sont mises en fluidisation dans une gamme de débits plus faibles. Après un certain nombre d'essais comportant des changements de garnissage et de plaques perforées, nous avons adopté le système n° 3, qui est lui aussi très satisfaisant et conduit à des courbes analogues à celles de la figure 9.

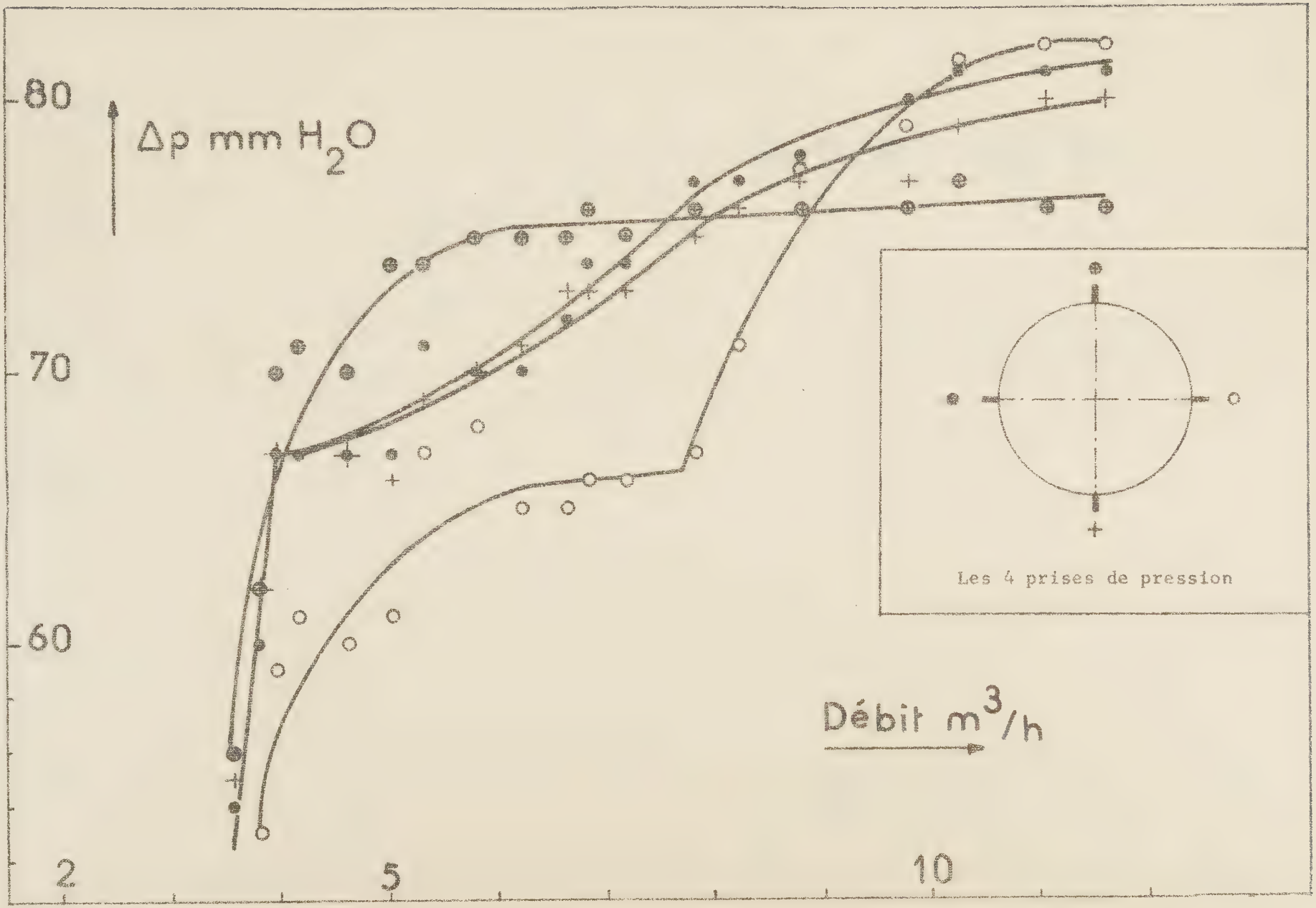


FIG. 7

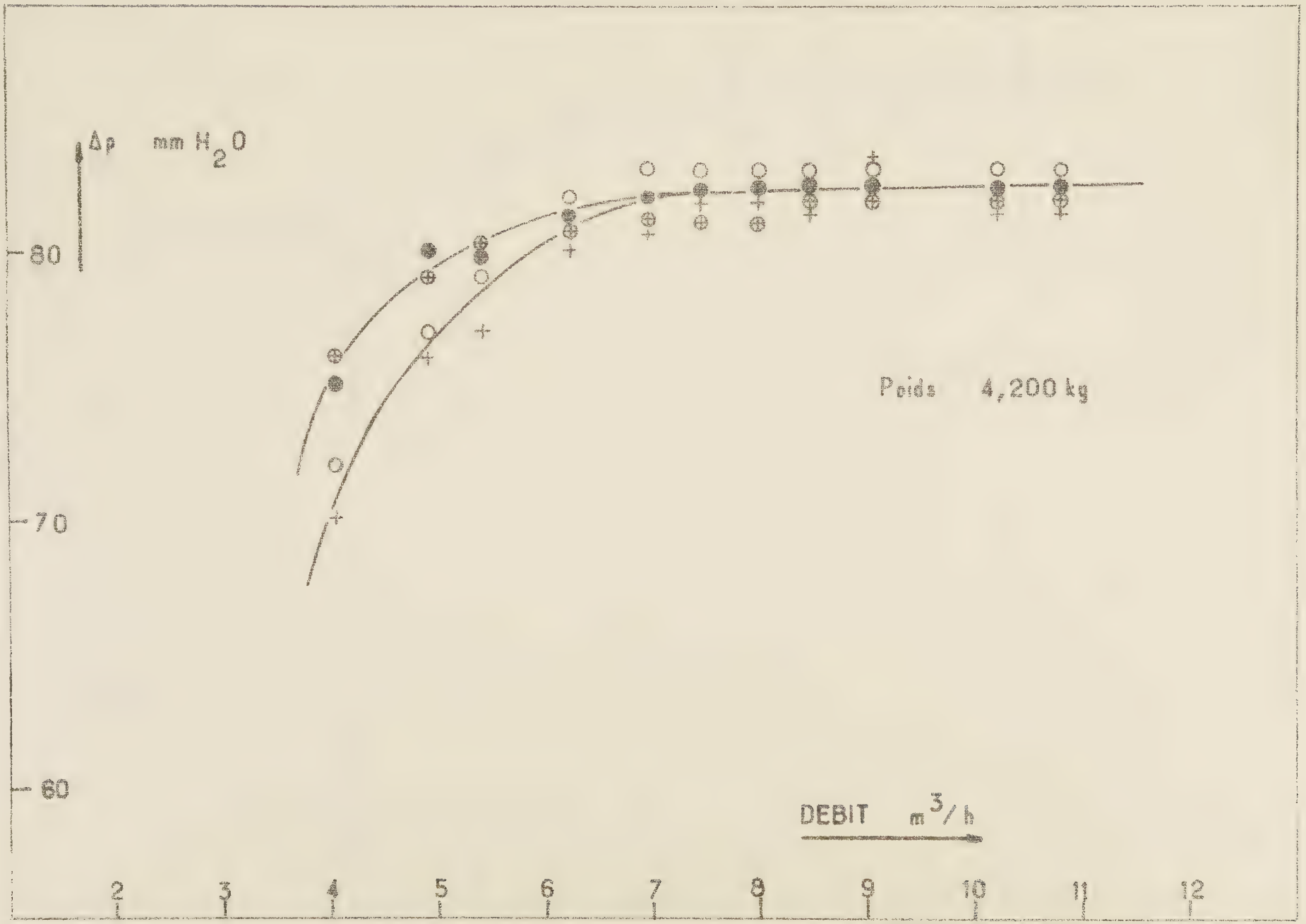


FIG.8

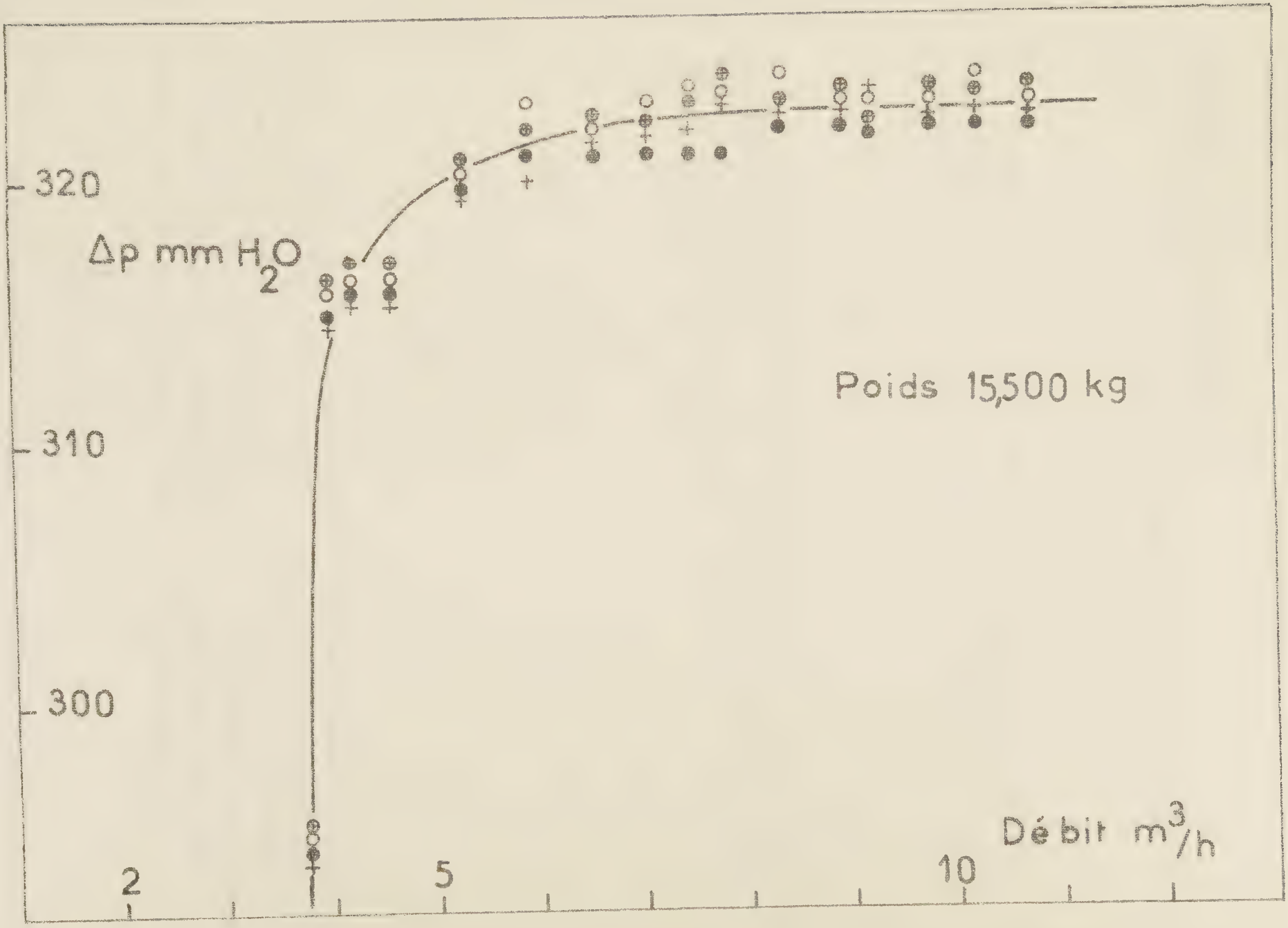


FIG. 9

PRECISION DU SYSTEME DE DETECTION

La relation reliant la perte de charge au degré de vide s'écrit :

$$\frac{\Delta P}{L} = (1 - \mathcal{E})\ (\rho_s - \rho_l)\ g$$

Dans le cas d'une couche débarrassée, ou à peu près, de passages préférentiels, on peut considérer que la hauteur de la couche est identique en tous les points d'une section droite. Donc :

$$\frac{\Delta\ (\Delta P)}{\Delta P} = \frac{\Delta\ (1 - \mathcal{E})}{1 - \mathcal{E}}$$

Comme au voisinage du minimum de fluidisation $\mathcal{E}$ est de l'ordre de 0,4, nous supposerons $\frac{\Delta\ (1 - \mathcal{E})}{1 - \mathcal{E}} \simeq \frac{\Delta \mathcal{E}}{\mathcal{E}}$. Or nous pouvons relier, par l'intermédiaire de la loi de RICHARDSON et ZAKI [11], le degré de vide de la couche au débit liquide. Cette loi s'écrit :

$$Q = A\ \mathcal{E}^n$$

soit : $$\frac{\Delta Q}{Q} = n\ \frac{\Delta \mathcal{E}}{\mathcal{E}}$$

Nous obtenons finalement :

$$n\ \frac{\Delta\ (\Delta P)}{\Delta P} = \frac{\Delta Q}{Q}$$

Dans le cas de nos mesures, l'erreur affectant la mesure de la perte de charge est de $\pm$ 1 mm d'eau. Lorsqu'on constate expérimentalement l'égalité des quatre valeurs de la perte de charge, il peut donc y avoir entre deux d'entre elles un écart de 2 mm d'eau. La relation ci-dessus nous permet d'obtenir la variation correspondante du débit local. En adoptant pour ΔP la valeur minimum de 80 mm d'eau et pour n la valeur 2,4 [11] on obtient :

$$\frac{\Delta Q}{Q} = 2,4 \cdot \frac{2}{80} \simeq 6\ \%$$

Le système de détection permet d'apprécier l'uniformité de distribution de l'eau avec une incertitude maximum de 6 %.

2-3 - MECANISME DU PASSAGE PREFERENTIEL.-

Les nombreuses mesures réalisées avec le système de détection ont permis de constater expérimentalement que le phénomène de passage préférentiel peut s'accompagner de deux types différents de répartition de pression à la base de la couche.

1°/ - Débit important, lit entièrement fluidisé

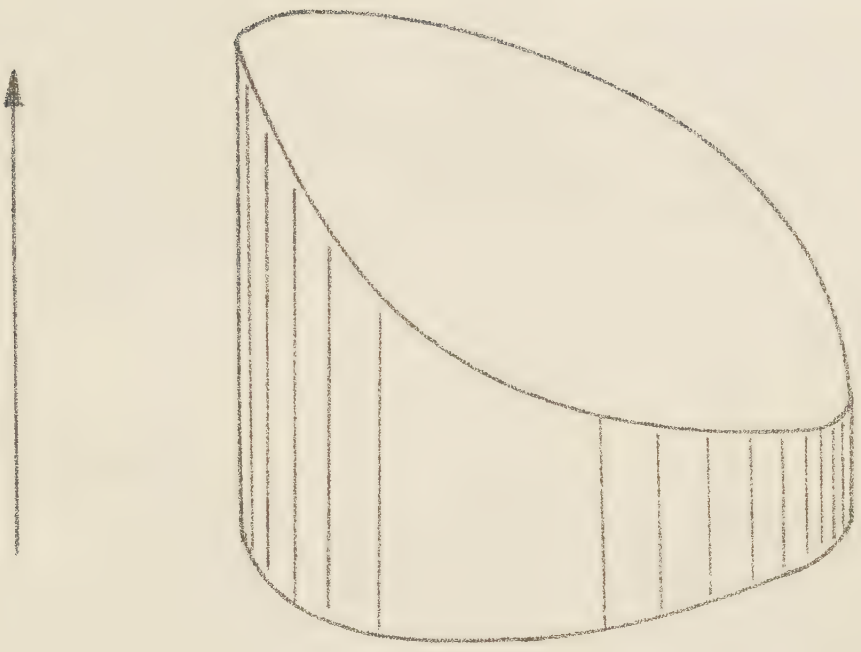
L'expérience montre que lorsque le lit est entièrement fluidisé, la valeur de la perte de charge correspondant à la zone dans laquelle se développe le passage préférentiel est la plus faible des quatre valeurs mesurées. Les surfaces isobares au niveau de la prise de pression supérieure étant, à cause du système de déverse symétrique utilisé, pratiquement confondues avec des sections droites de la colonne, il s'ensuit que la répartition des pressions au niveau de la base de la couche a l'allure présentée figure 10-a : la pression est minimum dans la zone de passage préférentiel. Ce minimum de pression ne peut être attribué, à notre avis, qu'à une imperfection du système de distribution d'eau situé en amont.

Nous avons constaté qu'à ce type de répartition des pressions correspondent des passages préférentiels stables et reproductibles.

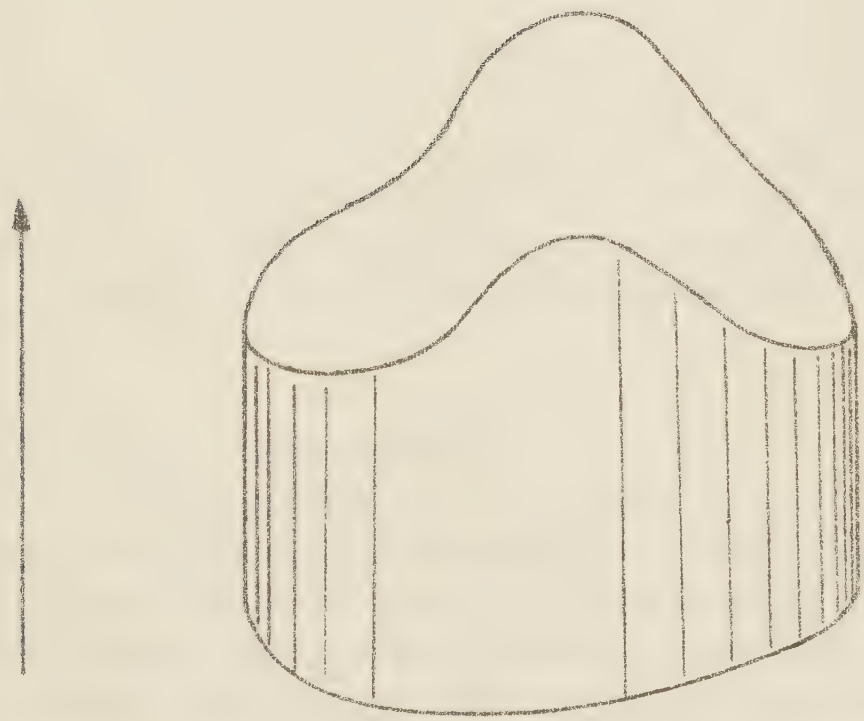
2°/ - Débit faible, lit partiellement fluidisé

Pour les valeurs faibles du débit, on constate que, dans la zone diamétralement opposée au passage préférentiel, le lit est fixe. Ce sont maintenant ces deux zones de la couche, l'une fixe, l'autre soumise au passage préférentiel, qui correspondent à des valeurs minimales de la perte de charge. Les diverses constatations expérimentales faites conduisent à proposer la répartition de pression schématisée figure 10-b. La zone de passage préférentiel ne correspond plus qu'à un minimum local de pression. Il s'établit autour d'elle une zone de plus fortes pressions, correspondant à un maximum de perte de charge auquel nous attribuons la stabilité du passage.

Nous avons constaté que le passage préférentiel est stable, mais peu reproductible. Il est certain qu'initialement sa formation est due à des irrégularités de distribution de l'eau à la base de la couche. Mais une fois formé, il est stabilisé par la barrière de pression et ne peut se déplacer pour de



a



b

FIG.10

faibles modifications de pression dues au distributeur d'eau. Il s'ensuit que sa position, pour une certaine valeur du débit, est fonction du mode opératoire : on n'obtiendra généralement pas une même localisation du passage préférentiel en opérant à débits croissant ou décroissant. En agitant avec une tige la couche de billes de verre il est même possible, à débit constant, de déplacer le passage préférentiel.

2-4 - REMARQUES.-

1°/ - Perte de charge à travers les systèmes de distribution

Les valeurs de la perte de charge subie par l'eau à la traversée des systèmes de distribution n° 2 ou 3 sont du même ordre de grandeur et varient pour la plage de débits correspondant à leur utilisation de 100 ou 200 mm d'eau à plus de 1000 mm d'eau. Dans l'ensemble, ces valeurs sont bien supérieures à la perte de charge correspondant à la couche fluidisée.

Il faut préciser qu'il ne semble pas que la perte de charge puisse être un critère suffisant pour juger de la qualité d'un système de distribution. En effet, nous avons réalisé un certain nombre d'expériences avec des anneaux de Raschig qui provoquaient une perte de charge aussi importante que les billes de verre et qui cependant ne fournissaient pas une distribution convenable de l'eau. Nous pensons que le garnissage utilisé doit être tel qu'il conduise à des couches fixes dont la texture est très régulière, et c'est pourquoi nous avons choisi la forme sphérique.

2°/ - Plaques perforées

Quelles qu'aient été les précautions prises pour purger l'installation, nous avons toujours constaté la présence de faibles quantités de gaz traversant la colonne à intervalles espacés sous forme de bulles ; nous attribuons ce fait à une libération de gaz dissous. Nous pensons que l'ascension intermittente de ces quelques bulles n'était généralement pas susceptible de perturber nos mesures.

Cependant un phénomène assez particulier s'est produit lors des premiers essais effectués avec les billes de diamètre 2 mm. Les premiers dispositifs que nous ayons utilisés pour supporter la couche étaient constitués par diverses toiles métalliques ; celles-ci ne laissaient pas passer le gaz qui s'accumulait en-dessous d'elles, provoquant une augmentation de la perte de charge et l'apparition dans la couche fluidisée de passages préférentiels. Nous avons observé ce phénomène en utilisant une colonne en verre et nous avons constaté que, dans la gamme de vitesses fluides utilisée, des toiles métalliques de maille importante, jusqu'à 1 mm, sont très difficilement traversées par les gaz. L'accumulation de gaz disparaît au fur et à mesure que la vitesse de passage de l'eau augmente.

Malgré leur commodité d'emploi, nous avons donc dû renoncer à utiliser des toiles métalliques et, après un certain nombre d'essais, nous avons adopté la plaque perforée n° 2 déjà décrite au chapitre 1. Les perforations ont un diamètre de 1 mm, mais la section libre de la plaque n'est que de 10 %, ce qui permet d'obtenir au niveau de chaque perforation des vitesses d'eau suffisantes pour entraîner le gaz.

3°/ - Verticalité de la colonne

Nous avons à maintes reprises constaté que la verticalité de la colonne est un élément très important pour l'obtention de couches sans passage préférentiel . Un écart de quelques degrés est suffisant pour provoquer une hétérogénéité importante du lit. Aussi après chaque modification apportée à l'installation avons-nous très soigneusement vérifié la verticalité de la colonne de fluidisation.

3 - INFLUENCE DES PASSAGES PREFERENTIELS SUR QUELQUES PROPRIETES HYDRODYNAMIQUES.-

En n'utilisant à la base du lit qu'une seule prise de pression nous avons relevé les variations de la perte de charge ΔP subie par l'eau à la traversée de la couche en fonction du débit Q. Nous avons simultanément mesuré les variations de la hauteur L de la couche en fonction de Q : nous en avons déduit les valeurs du degré de vide moyen ε . Enfin, mettant en oeuvre un certain nombre des prises de pression disposées le long d'une génératrice

de la colonne cylindrique et relevant la perte de charge subie par l'eau entre ces diverses prises, nous avons réalisé une étude de l'homogénéité du lit.

Ces diverses mesures ont été faites d'abord avec le système de distribution d'eau n° 1, c'est-à-dire dans le cas de couches soumises au phénomène de passage préférentiel, puis ensuite en employant les systèmes de distribution d'eau n° 2 pour les billes de diamètre 4 et 6 mm et n° 3 pour celles de diamètre 2 mm, c'est-à-dire dans le cas de couches sans passage préférentiel. La comparaison des deux séries de résultats permet d'obtenir un certain nombre de renseignements quant à l'influence des passages préférentiels.

3-1 - PERTE DE CHARGE A TRAVERS LA COUCHE.-

Pour les billes de verre de diamètres 2 et 4 mm nous avons fait l'étude pour quatre masses différentes de produit solide 4,200, 7,760, 11,500 et 15,500 kg. Pour les billes de 6 mm de diamètre nous n'avons pas fait l'étude pour 15,500 kg.

En coordonnées logarithmiques, les courbes obtenues à partir de couches sans passage préférentiel présentent une partie croissante linéaire correspondant au lit fixe puis un palier très net correspondant au lit fluidisé. Nous donnons à titre d'exemple les résultats obtenus avec les billes de verre de diamètre 4 mm (fig. 11).

L'examen des courbes correspondant à des couches avec passage préférentiel met en évidence un phénomène nouveau dont nous fournissons un exemple, (fig. 12), dans le cas des billes de diamètre 4 mm. Dans la gamme de débits comprise entre le débit minimum de fluidisation et environ 2,5 fois sa valeur, les courbes présentent un décrochement de la perte de charge assez net, décrochement déjà signalé par ANDRIEU [1]. Pour les valeurs plus élevées du débit, on retrouve la présence d'un palier.

Avant d'interpréter le décrochement de la perte de charge mis en évidence sur les courbes, il faut signaler que, de façon très générale, le passage préférentiel se formait dans notre colonne dans la zone diamétralement opposée à la prise de pression. Dans la gamme des faibles valeurs du débit, la perte de charge détectée correspondait donc à une partie encore fixe de la couche. Ceci explique la faiblesse des valeurs obtenues. Pour les fortes valeurs du débit, le lit était entièrement fluidisé, et il semble normal que la perte de charge ait atteint un palier. Cette explication est parfaitement en accord avec le mécanisme précédemment proposé.

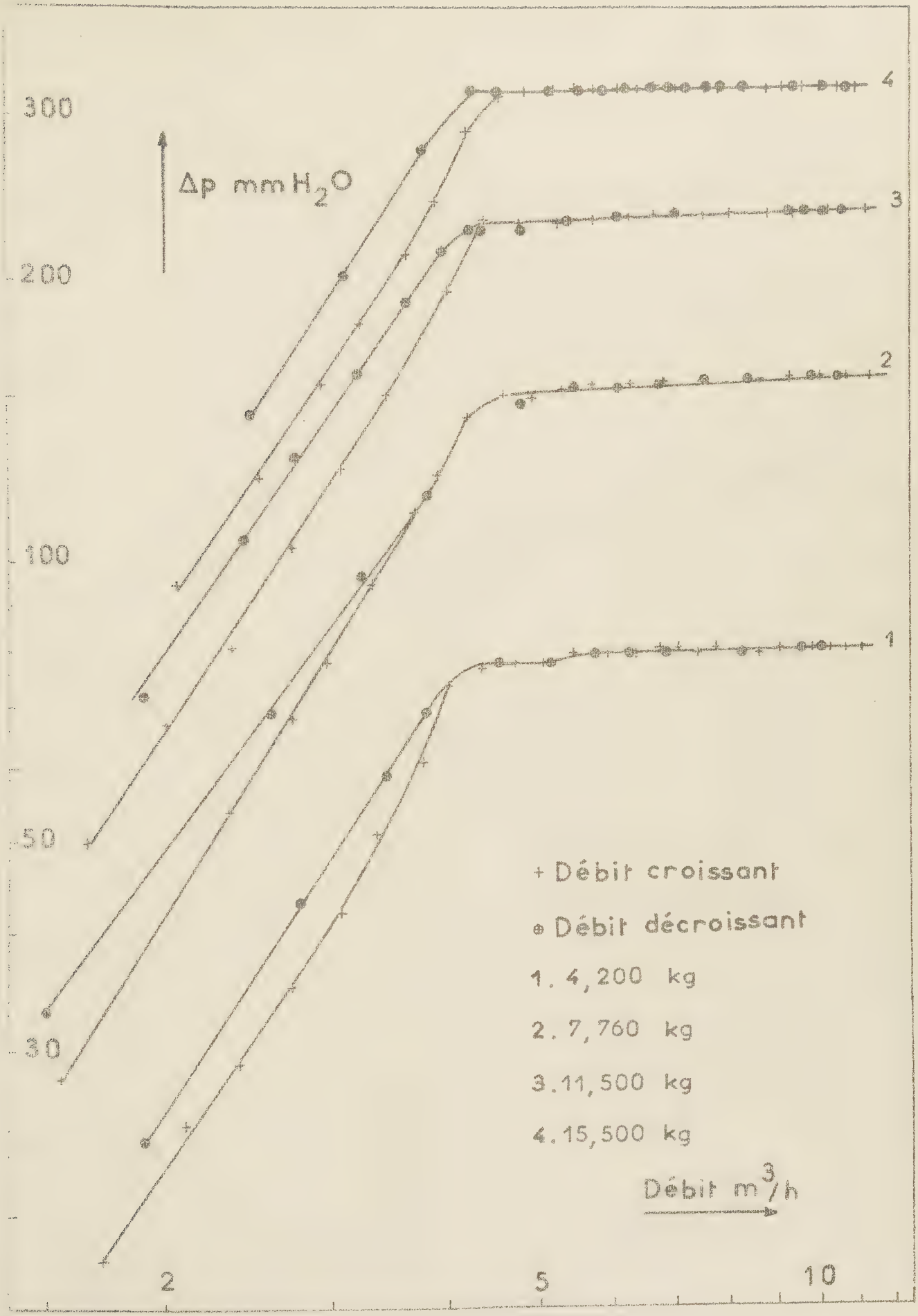

300
200
100
50
30
Δp mm H_2O
4
3
2
1
+ Débit croissant
• Débit décroissant
1. 4,200 kg
2. 7,760 kg
3. 11,500 kg
4. 15,500 kg
Débit m^3/h
2
5
10

FIG.11

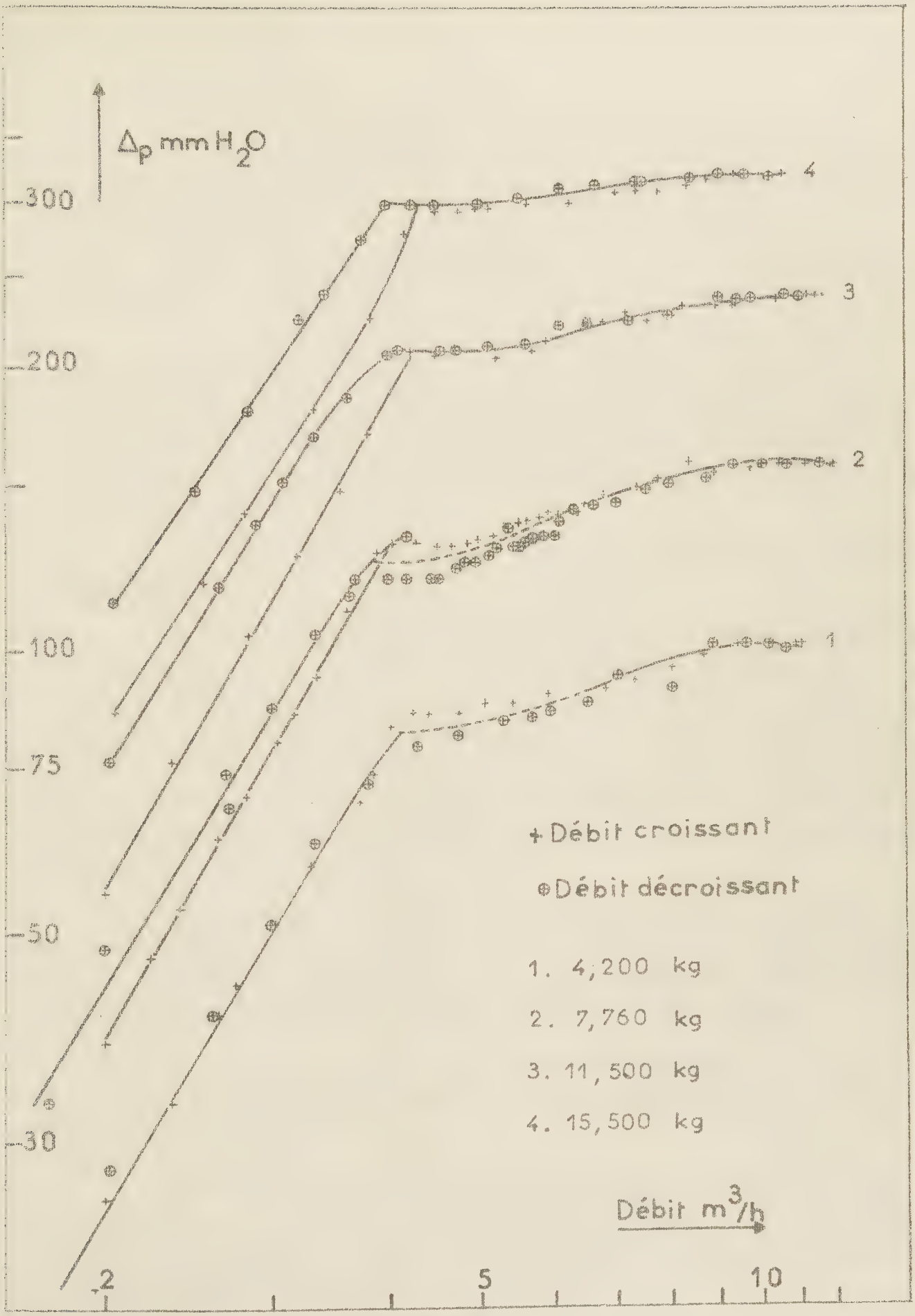

Δp mm H2O
300
200
100
75
50
30
4
3
2
1
+ Débit croissant
⊕ Débit décroissant
1. 4,200 kg
2. 7,760 kg
3. 11,500 kg
4. 15,500 kg
Débit m3/h
2
5
10

FIG.12

L'étendue du décrochement de perte de charge diminue légèrement lorsque le poids de produit augmente. Nous pensons que le lit fluidisé a une influence indirecte sur la qualité de la distribution du liquide, influence d'autant plus importante que le poids de produit utilisé est grand.

Dans la gamme des faibles débits, on peut noter une certaine dispersion des mesures liée à la non reproductibilité du passage préférentiel.

On peut enfin constater, sur l'ensemble des résultats, que les courbes obtenues en couche fixe à débit croissant sont situées au-dessous des courbes à débit décroissant. Ceci suggère que la valeur minimum du degré de vide obtenue en déposant doucement une couche fluidisée ne correspond pas à une valeur maximum pour la couche fixe, ainsi que le confirment d'ailleurs les mesures de hauteur de la couche.

Nous avons réuni sous forme de tableaux un certain nombre de résultats importants.

Le tableau n° 1 donne les valeurs de la perte de charge correspondant au palier obtenu sur les courbes avec ou sans passage préférentiel. Ces valeurs sont comparées avec une valeur calculée et correspondant au poids apparent des particules solides. On constate que, à deux exceptions près, les valeurs obtenues avec ou sans passage préférentiel sont identiques et en outre que, à une exception près, les valeurs expérimentales sont inférieures aux valeurs calculées. Deux explications complémentaires peuvent être proposées pour rendre compte de ce dernier fait.

1°) La prise de pression à la base du lit est située, pour des raisons technologiques, à environ 4 mm au-dessus de la plaque support. Nous n'enregistrons donc pas la perte de charge correspondant à l'ensemble du lit, et on peut évaluer à environ 3 à 4 mm d'eau l'erreur ainsi commise.

2°) La plaque support du lit est une tôle perforée et entre deux perforations il existe une zone de lit fixe à travers laquelle la perte de charge est plus faible.

Signalons enfin que la valeur 101 obtenue pour la perte de charge à travers un lit de 4,200 kg de billes de verre de diamètre 4 mm avec passage préférentiel, correspond à une couche dont la surface supérieure était extrêmement perturbée par les passages préférentiels.

TABLEAU 1

Perte de charge subie par l'eau
à la traversée des couches fluidisées, en mm H_2O

Diamètre des particules mm	Système de distribution	Masse de la couche kg			
		4,200	7,760	11,500	15,500
2	1	81	161	238	305
	3	82	160	238	318
4	1	101	157	238	320
	2	81	158	238	320
6	1	79	156	235	-
	2	81	155	235	-
Valeur théorique		89,5	165	244	329

TABLEAU 2

Débit minimum de fluidisation

Diamètre des billes de verre en mm	Débit minimum en m^3/h	Vitesse minimum en cm/s
2	2	1,92
4	4,2	4,03
6	6	5,75

TABLEAU 3

Expansion des couches fluidisées

Diamètre des particules mm	Système de distribution	Masse de la couche kg			
		4,200	7,760	11,500	15,500
2	1			2,34	2,03
	3	2,26	2,41	2,33*	2,34
4	1			2,06	2,40*
	2	2,35*	2,31*	2,40*	2,42*
6	1		2,34	2,28	
	2	2,24	2,14	2,38*	

Le tableau n° 2 réunit les valeurs des débits minimum de fluidisation correspondant aux trois séries de billes de verre. Ces débits ont été relevés sur les courbes obtenues à partir de couches sans passage préférentiel, au point d'intersection entre le palier à perte de charge constante correspondant à la fluidisation et la droite obtenue en couche fixe lors de l'expérimentation à débit décroissant. A la précision de nos tracés graphiques le débit minimum de fluidisation est indépendant de la masse de produit solide.

3-2 - EXPANSION DES COUCHES FLUIDISEES.-

A l'aide d'un cathétomètre nous mesurons la hauteur L de la couche et nous en déduisons la valeur moyenne du degré de vide par la relation

$$\varepsilon = 1 - \frac{M}{\rho_s S L}$$

Les figures 13 et 14 représentent les résultats obtenus dans le cas d'une couche constituée de 15,500 kg de billes de verre de diamètre 4 mm respectivement avec, puis sans passage préférentiel . Nous constatons, et ce résultat est valable pour l'ensemble de nos mesures , qu'en coordonnées logarithmiques la représentation est linéaire pour les fortes valeurs du débit,

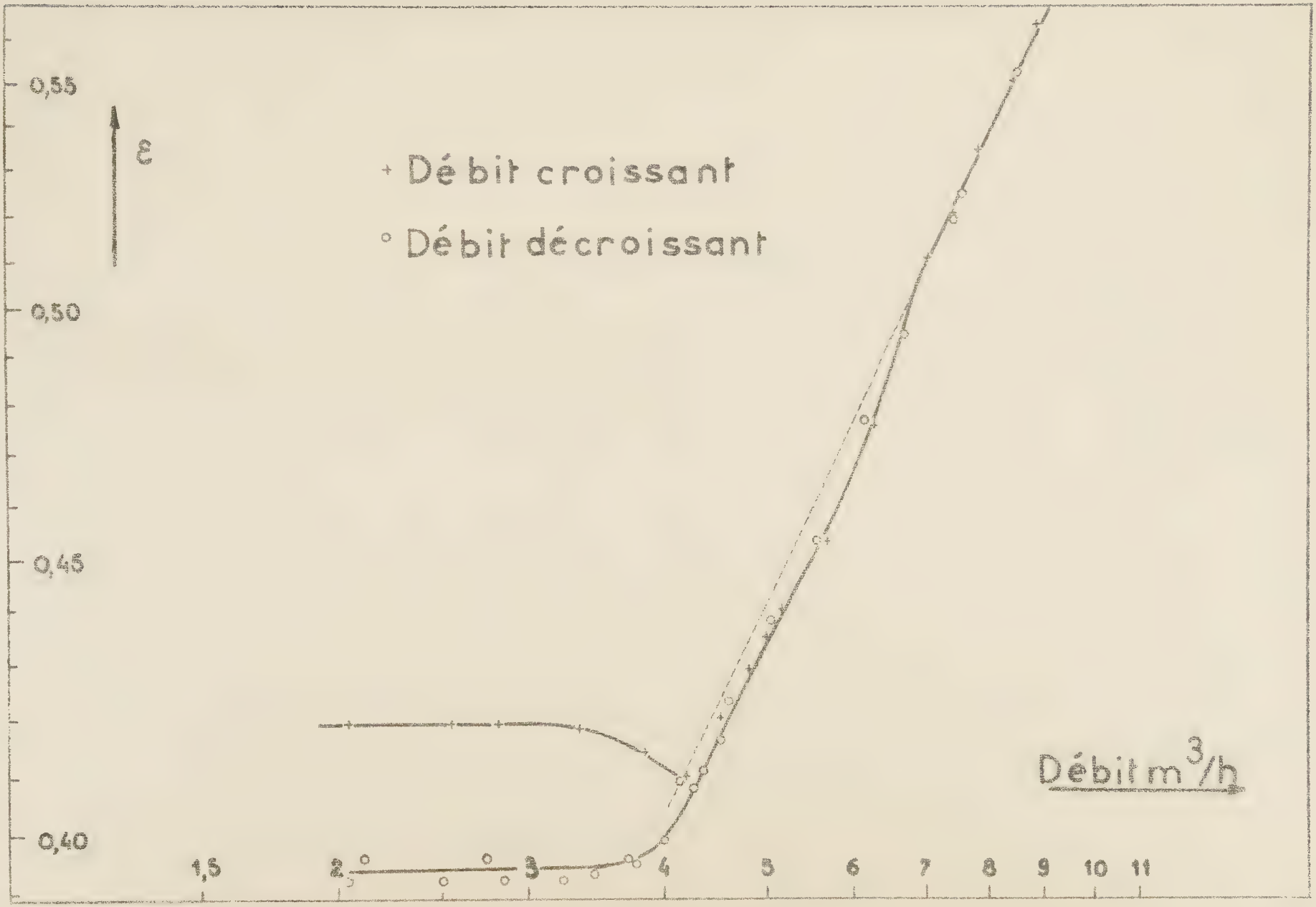

0,55
ε
+ Débit croissant
° Débit décroissant
0,50
0,45
0,40
1,5
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
Débit m³/h

FIG.13

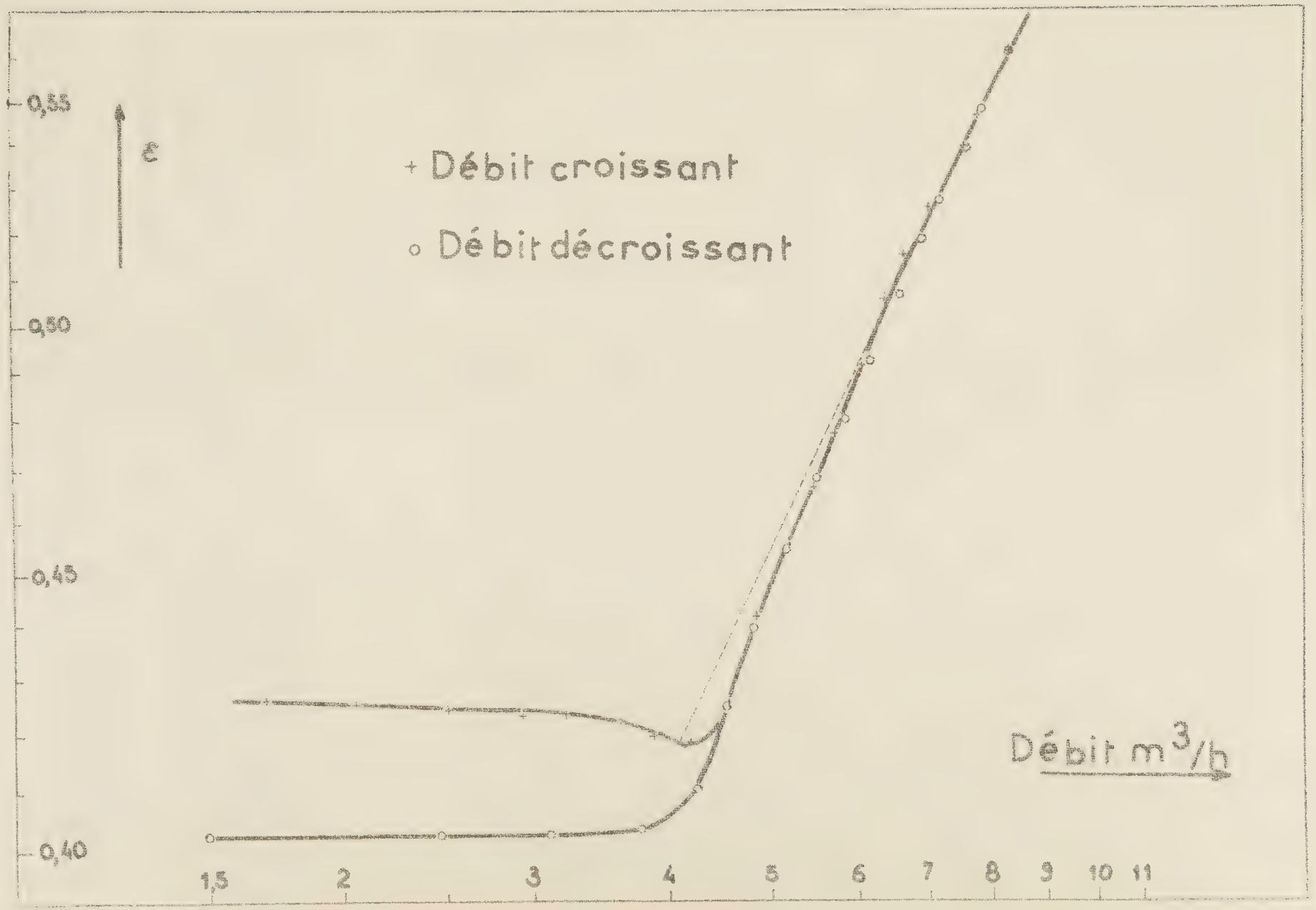

0,55
0,50
0,45
0,40
ε
+ Débit croissant
o Débit décroissant
Débit m³/h
1,5
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11

FIG. 14

suivant ainsi la loi classique de RICHARDSON et ZAKI [11] . Nous indiquons tableau n° 3 les valeurs des pentes des droites correspondant à nos expériences (nous n'avons pas mesuré l'expansion des couches avec passage préférentiel dans le cas de faibles masses de produit, car la surface supérieure n'était ni stable ni horizontale). La valeur que l'on peut calculer à partir des relations de RICHARDSON et ZAKI est 2,39 pour les trois séries de billes de verre ; dans le cas de couches sans passage préférentiel l'écart maximum avec nos déterminations expérimentales est de 10,5 % et nous pensons que l'accord est satisfaisant. La présence de passages préférentiels semble avoir peu d'influence sur la valeur de la pente ; on peut cependant noter que l'écart maximum entre les valeurs expérimentales et la valeur calculée est un peu plus élevé et atteint 15 %.

Dans un certain nombre de cas, marqués d'un astérisque tableau n° 3, dans la zone des faibles valeurs du débit, on enregistre un retard à l'expansion, matérialisé aussi bien sur la figure 13 que sur la figure 14 par l'écart existant entre la courbe expérimentale et le prolongement en trait pointillé de la droite obtenue à forts débits. Dans le cas particulier des figures 13 et 14 le retard est légèrement moins important pour la couche sans passage préférentiel : néanmoins il demeure. En outre, il existe, tableau n° 3, de nombreux cas pour lesquels des couches avec passage préférentiel ne présentent pas ce phénomène de retard. Ces diverses constatations expérimentales nous conduisent à émettre de sérieuses réserves quant à la validité de l'indice de "renardage" proposé par ANDRIEU [1] . Rappelons que cet auteur définit le rapport

$$c = \frac{\varepsilon_e}{\varepsilon_d}$$

(les notations sont précisées par le schéma de la figure 15) et suggère que c constitue un critère approximatif permettant de chiffrer l'hétérogénéité de la couche ; si la couche comporte des passages préférentiels, ε_e est nettement plus faible que ε_d et c est plus petit que 1 ; au fur et à mesure que la couche devient homogène c augmente et tend vers 1.

Les résultats que nous avons obtenus semblent démontrer que le phénomène de retard à l'expansion ne constitue pas un critère convenable de l'existence de passages préférentiels.

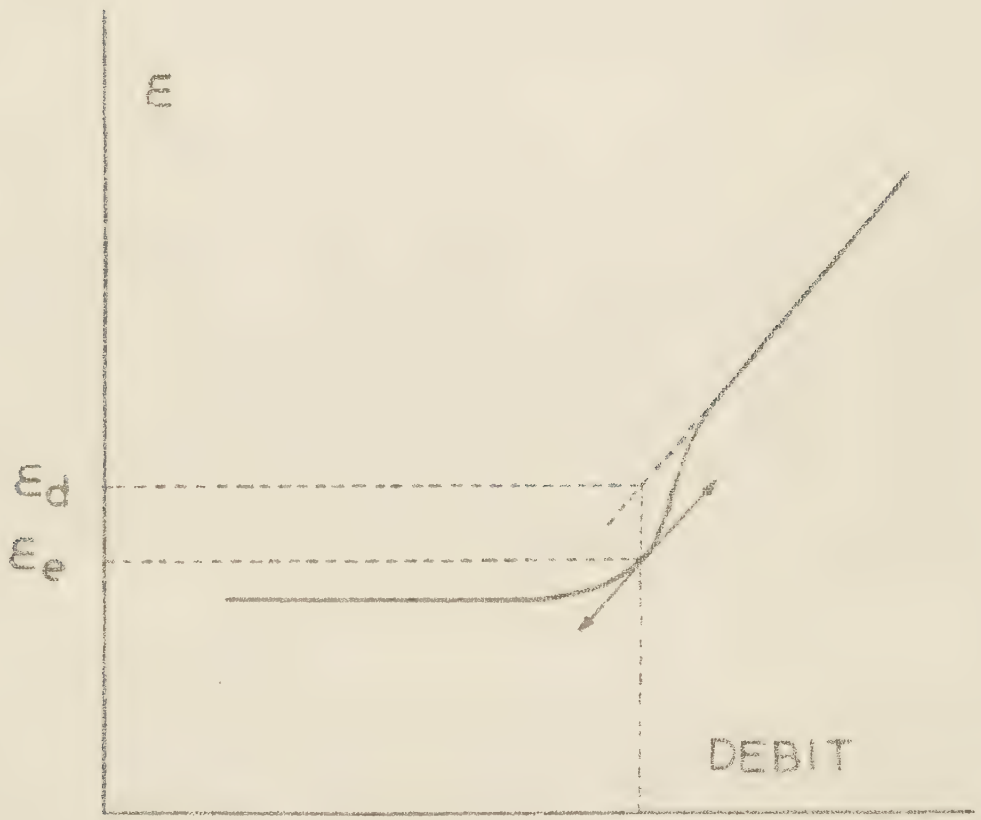


FIG. 15

TABLEAUX 4

Degré de vide dans diverses tranches des couches fluidisées

Billes de verre de diamètre 2 mm

Débit d'eau m^3/h	2,6	3,0	3,4	3,8	4,2	4,6
η *	1,3	1,5	1,7	1,9	2,1	2,3

Avec passages préférentiels

Tranche inférieure	0,497	0,493	0,484	0,476	0,476	0,467
2ème tranche	0,483	0,478	0,487	0,496	0,514	0,558
3ème tranche	0,469	0,461	0,478	0,505	0,531	0,540
Tranche supérieure	0,443	0,461	0,461	0,505	0,514	0,540
Ecart maximum en %	11	6,5	5,5	6	11	16,5

Sans passage préférentiel

Tranche inférieure	0,489	0,515	0,536	0,562	0,588	0,609
2ème tranche	0,456	0,492	0,523	0,540	0,558	0,584
3ème tranche	0,478	0,505	0,523	0,549	0,567	0,589
Tranche supérieure	0,469	0,505	0,531	0,549	0,576	0,593
Ecart maximum en %	7	4,5	2,5	4	5,5	4

* $\eta = \frac{\text{Débit}}{\text{Débit minimum de fluidisation}}$

TABLEAUX 4 (suite)

Degré de vide dans diverses tranches des couches fluidisées

Billes de verre de diamètre 4 mm

Débit d'eau m^3/h	5,5	6,3	7,1	8,0	8,8	9,7
η *	1,3	1,5	1,7	1,9	2,1	2,3

Avec passages préférentiels

Tranche inférieure	0,484	0,493	0,510	0,528	0,544	0,562
2ème tranche	0,487	0,505	0,531	0,562	0,584	0,598
3ème tranche	0,496	0,496	0,505	0,518	0,540	0,562
Tranche supérieure	0,469	0,496	0,540	0,567	0,584	0,602
Ecart maximum en %	5,5	2,5	7	9	8	7

Sans passage préférentiel

Tranche inférieure	0,484	0,515	0,541	0,566	0,588	0,613
2ème tranche	0,469	0,500	0,523	0,554	0,571	0,589
3ème tranche	0,474	0,505	0,540	0,554	0,580	0,598
Tranche supérieure	0,469	0,505	0,527	0,549	0,577	0,593
Ecart maximum en %	3	3	3,5	3	3	4

$$* \eta = \frac{\text{Débit}}{\text{Débit minimum de fluidisation}}$$

3-3 - HOMOGENEITE DES COUCHES FLUIDISEES.-

En utilisant les prises de pression disposées le long d'une génératrice de la colonne, nous avons mesuré les pertes de charge correspondant à des fractions des couches fluidisées de hauteurs L constantes ; pour la tranche inférieure L = 72 mm, pour toutes les autres L = 70 mm. Ce travail a été effectué avec les billes de verre de diamètre 2 et 4 mm, dans le cas de couches constituées de 15,500 kg de produit solide.

La relation :

$$\frac{\Delta P}{L} = (1 - \varepsilon)\,(\rho_s - \rho_l)\,g$$

nous permet de calculer les valeurs correspondantes du degré de vide ε.

Les résultats obtenus sont réunis dans les tableaux 4.

Il apparaît tout d'abord que les couches fluidisées ne sont jamais parfaitement homogènes, qu'il y ait ou non des passages préférentiels. Cependant, si l'on considère l'écart maximum entre les quatre valeurs de degré de vide comme un indice d'hétérogénéité, on constate que les couches sans passage préférentiel sont nettement plus homogènes.

De plus, lorsqu'il n'y a pas de passage préférentiel, le degré de vide de la couche augmente régulièrement avec le débit, quelle que soit la tranche considérée. Ceci n'est pas toujours vrai en présence de passages préférentiels, et on peut voir que par exemple dans le cas des billes de verre de 2 mm de diamètre, le degré de vide dans la tranche inférieure diminue lorsque le débit augmente.

4 - CONCLUSIONS.-

Au cours de cette étude, nous avons proposé un dispositif expérimental simple qui permet de détecter des passages préférentiels dans une couche en fluidisation liquide. A l'aide de ce dispositif, nous avons mis au point deux systèmes de distribution d'eau qui fournissent des couches dont le comportement hydrodynamique est satisfaisant. Les diverses constatations expérimentales faites ont permis de proposer deux schémas différents de répartition des pressions à la base du lit, expliquant ainsi le mécanisme de formation et de stabilisation des passages préférentiels.

L'analyse comparée des résultats obtenus lors de diverses études hydrodynamiques a mis en évidence quelques unes des perturbations apportées par l'existence des passages préférentiels : décrochement sur les courbes $\Delta P = f(Q)$, et hétérogénéité plus importante du lit.

En outre, nous avons établi que le phénomène de passage préférentiel n'est pas inhérent aux propriétés de la fluidisation liquide, mais est lié à des imperfections de l'appareillage. D'un point de vue fondamental, ce résultat est important et il devrait conduire les chercheurs travaillant dans le domaine de la fluidisation liquide à vérifier avant tout que les dispositifs expérimentaux qu'ils utilisent sont convenables. En effet, seules sont reproductibles les conditions hydrodynamiques correspondant aux propriétés naturelles des couches fluidisées et nous pensons que de nombreuses divergences enregistrées entre résultats expérimentaux trouvent leur origine dans l'existence de passages préférentiels.

Dans la suite de ce travail nous utiliserons les systèmes de distribution d'eau n° 2 et 3.

o

o o

- CHAPITRE 3 -

ETUDE HYDRODYNAMIQUE DES COUCHES FLUIDISEES PULSEES

— 0 —

1 - INTRODUCTION.-

Nous avons pensé qu'il était indispensable, avant d'aborder l'étude des transferts de matière, de réunir un minimum de renseignements sur la structure et les propriétés hydrodynamiques des couches fluidisées pulsées. En ce domaine, l'analyse bibliographique ne nous a été d'aucun secours, car si le procédé consistant à pulser le courant liquide alimentant une unité de fluidisation a déjà été mis en oeuvre [12], aucune recherche hydrodynamique n'accompagnait ce travail sur les transferts thermiques. Après avoir décrit les dispositifs expérimentaux et les techniques que nous avons utilisés, nous allons rapporter les résultats obtenus au cours de l'étude des variations de la perte de charge subie par le liquide à travers la couche de particules et du degré de vide de la couche en fonction du débit liquide, pour diverses valeurs des paramètres de pulsation. D'autre part nous indiquerons, pour diverses valeurs du volume pulsé et du débit, l'influence de la fréquence de pulsation sur la perte de charge. Cette partie n'a d'autre but que de mettre en évidence certains phénomènes particuliers que nous avions remarqués au cours des premières séries d'expériences.

2 - TECHNIQUES EXPERIMENTALES.-

L'installation de mise en fluidisation a déjà été décrite au chapitre 1. Nous avons employé le schéma de fonctionnement dit en circuit fermé : après avoir traversé la colonne, l'eau est recyclée dans le réservoir à niveau constant ; la température est maintenue à $18,5 \pm 0,5°C$, grâce à une légère alimentation en eau froide du réseau. Les mesures expérimentales ont été effectuées avec les trois séries de billes de verre dont les caractéristiques ont été précisées chapitre 1, en utilisant chaque fois le système de distribution d'eau approprié.

En raison de la pulsation, la pression en tout point de l'installation est fonction périodique du temps. Afin de ne mesurer que des valeurs moyennes, nous avons placé entre les prises de pression et les manomètres des systèmes d'amortissement constitués par des tubes capillaires de 0,5 mm de diamètre et de 80 à 100 mm de longueur.

On peut montrer (cf annexe) que ces systèmes d'amortissement permettent de mesurer la valeur moyenne intégrale dans le temps de la pression

$$P = \frac{1}{T} \int_0^T P(t)\, dt$$

Le débit d'eau fourni par la pompe est mesuré à l'aide d'un diaphragme. Les lignes de transmission vers le manomètre des pressions amont et aval sont équipées des systèmes d'amortissement déjà décrits. La perte de charge mesurée est donc en réalité la différence entre les valeurs moyennes intégrales dans le temps des pressions amont et aval. Nous avons vérifié, en étalonnant par pesée, que les indications fournies par un tel système de mesure sont, dans le domaine considéré, indépendantes des paramètres de pulsation ; la perte de charge mesurée est uniquement fonction du débit et les courbes d'étalonnage des diaphragmes établies en l'absence de pulsation restent valables.

Le volume pulsé est mesuré à débit nul et à faible fréquence de pulsation à partir des variations de niveau de l'interface entre l'eau et l'atmosphère. Ces variations de niveau sont faibles dans la colonne et afin d'augmenter la précision des mesures, nous réalisons une réduction importante de section droite en fixant, en tête de colonne, au sommet du système de déverse une bride en acier percée en son centre d'un trou dans lequel nous plaçons un tube vertical en verre calibré de 26 mm de diamètre intérieur.

La fréquence de pulsation est déterminée, soit par comptage direct à l'aide d'un chronomètre, soit avec un compte-tours. Dans ce dernier cas, afin d'accroître la précision, nous mesurons la vitesse de rotation du moteur à courant continu, avant la réduction mécanique de vitesse.

3 - DESCRIPTION DES COUCHES PULSEES.-

Les diverses observations réalisées permettent de définir trois états différents de la couche solide :

1°) Etat fixe : il correspond aux faibles valeurs du débit et des paramètres de pulsation. Les particules solides sont immobiles et reposent les unes sur les autres, ou sur la plaque perforée constituant le fond de la colonne. La perte de charge subie par le liquide à la traversée de la couche est fonction périodique du temps.

2°) Etat fluidisé : il correspond aux fortes valeurs du débit. Les particules solides sont en suspension dans le courant liquide. La perte de charge subie par le liquide à la traversée de la couche reste constante dans le temps et l'utilisation des systèmes d'amortissement n'est plus indispensable. Par contre, la hauteur de la couche fluctue périodiquement ; elle augmente lorsque le déplacement du piston du système de pulsation provoque une augmentation du débit instantané ; elle diminue lorsque le piston se déplace en sens inverse. Les variations de hauteur étant faibles, de l'ordre de quelques millimètres, nous avons toujours pu mesurer une valeur moyenne. Cette valeur moyenne augmente avec le débit et on retrouve donc un phénomène analogue à l'expansion des couches fluidisées.

3°) Etat semi-fluidisé : il correspond à des valeurs intermédiaires du débit, variables suivant les conditions de pulsation. La couche est fluidisée pendant une fraction de la période de pulsation, fixe pendant l'autre fraction. La perte de charge subie par le liquide à la traversée de la couche fluctue dans le temps et l'utilisation des systèmes d'amortissement est nécessaire ; cependant, lorsque le débit augmente et que l'on tend vers l'état fluidisé, l'importance des fluctuations diminue progressivement. La surface supérieure de la couche subit des variations périodiques de niveau car il y a une légère expansion de la couche lors de la période de mise en fluidisation ; cependant, en valeur moyenne, la hauteur de la couche varie peu avec le débit et on ne retrouve pas le phénomène d'expansion caractéristique de l'état fluidisé.

L'état semi-fluidisé correspond à des couches dont le degré de vide est généralement plus faible que celui correspondant aux couches fixes disposées en vrac. En effet, au cours de la phase de mise en fluidisation, les particules se rangent et la couche subit un certain tassement ; la période transitoire pendant laquelle le degré de vide varie peut d'ailleurs être très longue et atteindre plusieurs heures dans le cas des couches de faible mobilité, à la limite entre l'état fixe et l'état semi-fluidisé.

Ce phénomène de tassement a provoqué quelques incidents en ce qui concerne l'efficacité des dispositifs de distribution qui sont, rappelons-le, essentiellement constitués par une couche fixe de billes de verre maintenue entre deux plaques perforées. Nous pensons que sous l'action de la pulsation, des phénomènes de rangement locaux se produisaient qui détruisaient l'homogénéité de la couche : il en résultait l'apparition de passages préférentiels. En

conséquence, nous avons pris la précaution de tasser initialement les couches à l'aide de la pulsation ; dans ces conditions, les dispositifs de distribution ont, à nouveau, donné toute satisfaction.

4 - PERTE DE CHARGE A TRAVERS LA COUCHE.-

Pour chaque série de billes de verre et pour une masse de produit solide de 11,500 kg, nous avons suivi les variations de la perte de charge subie par le liquide à la traversée de la couche en fonction du débit fourni par la pompe. Nous avons opéré pour trois valeurs du volume pulsé V = 58, V = 116 et V = 174 cm^3 correspondant à débit nul à des variations de niveau de l'interface entre l'eau et l'atmosphère de 2, 4 et 6 mm dans la colonne de mesure, et pour trois valeurs de la fréquence 50, 100 et 150 pulsations par minute. Quelles que soient les conditions de pulsation, l'allure des représentations graphiques en échelles logarithmiques est identique et nous donnons figures 16, 17 et 18 trois exemples des 27 courbes obtenues.

Lorsque le débit croît, la représentation comporte d'abord une partie linéaire dont la pente, positive, varie avec les conditions expérimentales, puis une partie curviligne le long de laquelle la perte de charge augmente moins vite avec le débit et enfin un palier à perte de charge constante.

Nous avons constaté que le palier correspond à l'état fluidisé et le reste de l'enregistrement à l'état semi-fluidisé. En effet, étant donné les valeurs du débit et des paramètres de pulsation utilisées lors des expériences, nous n'avons pratiquement jamais observé l'état fixe de la couche. Ceci explique que nous n'ayons pas pu mettre en évidence de différence entre les expérimentations à débit croissant et à débit décroissant : dès que l'état semi-fluidisé est atteint, à chaque condition opératoire correspond une valeur bien déterminée du degré de vide de la couche et donc une seule valeur de la perte de charge. Nous devons signaler que nous avons effectué toutes nos mesures à débit décroissant, c'est-à-dire dans le sens de mobilité décroissante de la couche, car ainsi les périodes transitoires correspondant au tassement et au rangement des particules solides étaient plus brèves.

Nous avons réuni, tableaux 5, les valeurs de la perte de charge correspondant au palier enregistré sur les courbes.

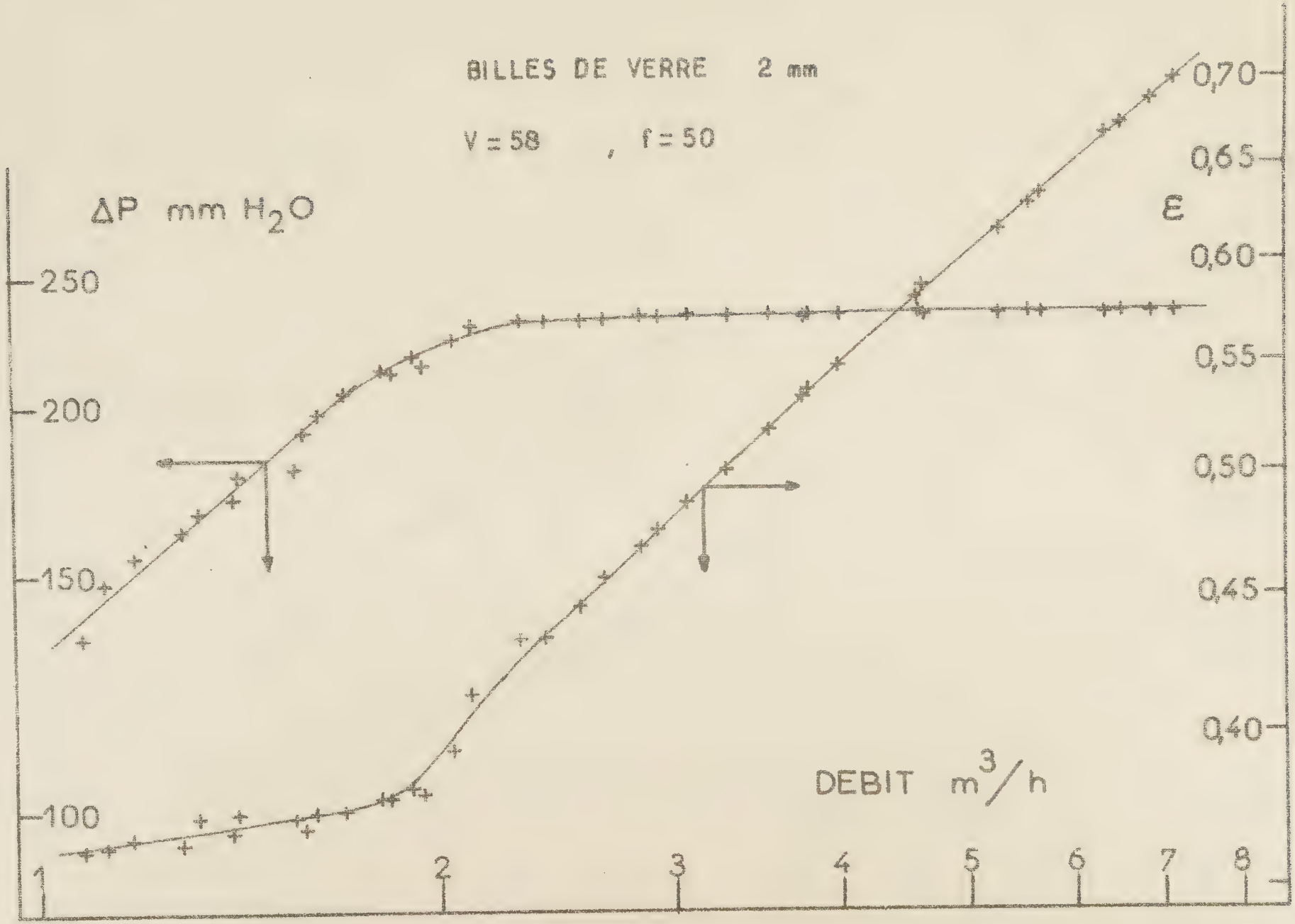

BILLES DE VERRE 2 mm
V = 58 , f = 50
ΔP mm H2O
250
200
150
100
ε
0,70
0,65
0,60
0,55
0,50
0,45
0,40
DEBIT m3/h
1
2
3
4
5
6
7
8

FIG.16

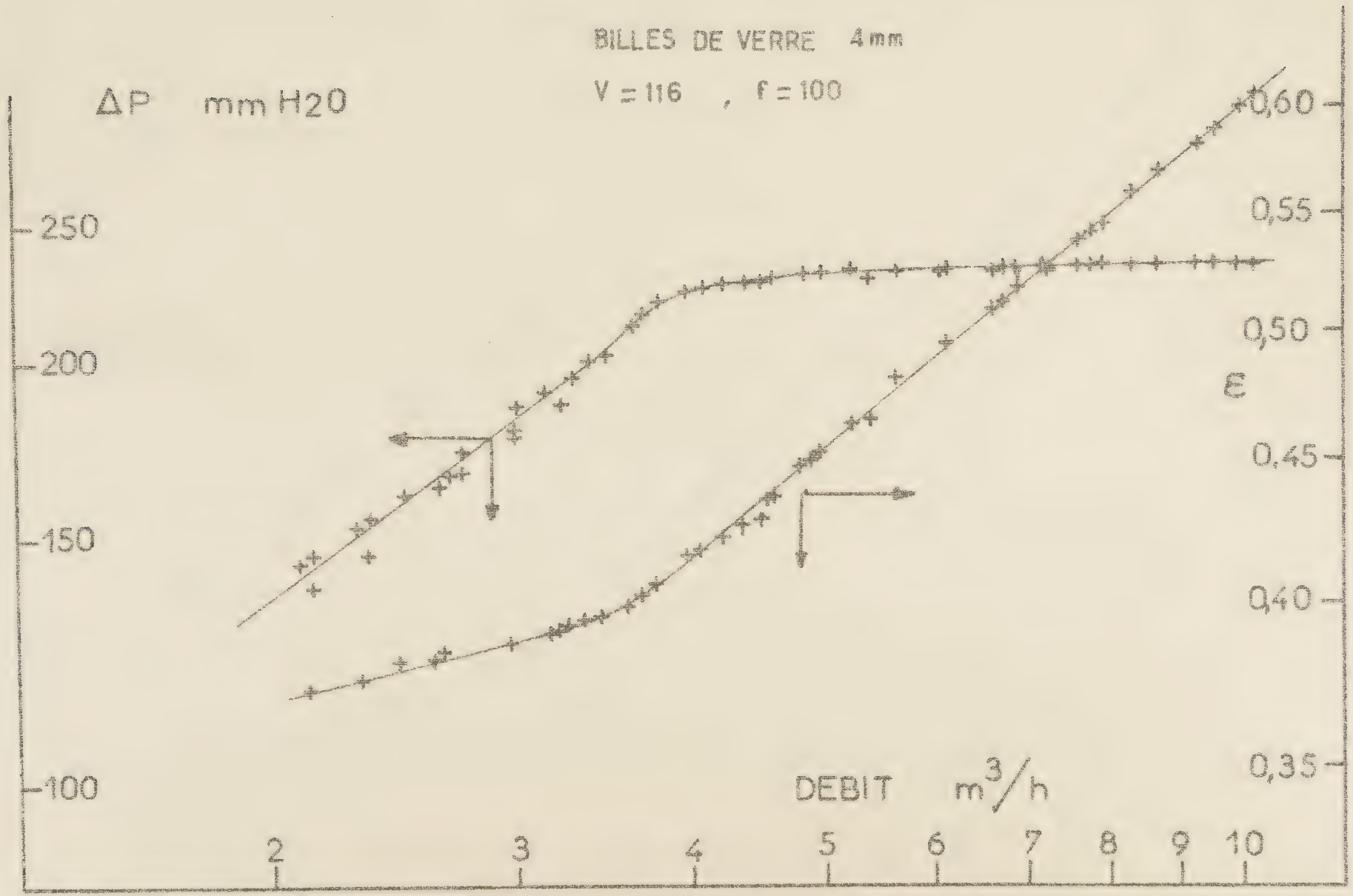

BILLES DE VERRE 4mm
V = 116 , f = 100
ΔP mm H2O
250
200
150
100
0,60
0,55
0,50
0,45
0,40
0,35
ε
DEBIT m³/h
2
3
4
5
6
7
8
9
10

FIG. 17

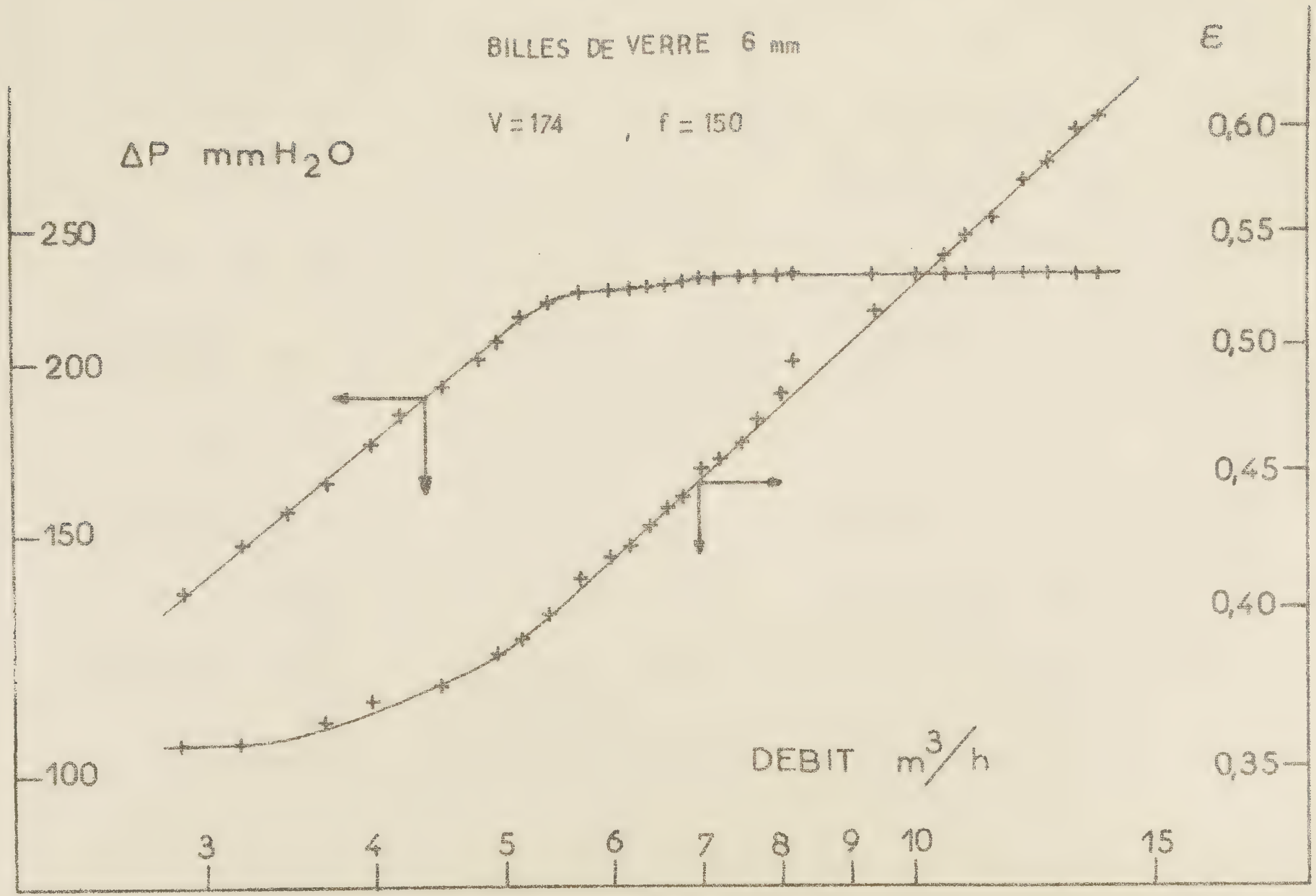

BILLES DE VERRE 6 mm
V = 174 , f = 150
ΔP mm H2O
ε
250
200
150
100
0,60
0,55
0,50
0,45
0,40
0,35
DEBIT m3/h
3
4
5
6
7
8
9
10
15

FIG. 18

TABLEAUX 5

Perte de charge subie par l'eau

à la traversée des couches fluidisées pulsées

1°) Billes de verre de diamètre 2 mm

f mn^{-1} / V cm^3	50	100	150
58	236	236	235
116	235	234	234
174	235	235	235

2°) Billes de verre de diamètre 4 mm

f mn^{-1} / V cm^3	50	100	150
58	234	234	235
116	234	234	234
174	234	234	234

3°) Billes de verre de diamètre 6 mm

f mn^{-1} / V cm^3	50	100	150
58	233	234	233
116	232	233	233
174	234	234	234

Nous constatons que, aux erreurs expérimentales près, toutes ces valeurs sont égales et que l'accord avec la valeur du poids apparent du produit solide par unité de section droite de la colonne, soit exprimé dans les mêmes unités 244 mm d'eau, est satisfait.

Nous pouvons noter cependant que les valeurs expérimentales sont systématiquement plus petites que la valeur théorique. Nous pensons que les légers écarts (inférieurs à 5 %) enregistrés sont dus aux mêmes causes que celles qui ont été avancées au chapitre précédent, à savoir :

- la prise de pression au bas de la colonne est située à 4 mm au dessus de la plaque perforée, et ainsi une faible portion de la couche n'est pas prise en considération ;

- entre chaque perforation de la plaque constituant le fond de la colonne peuvent se créer des zones fixes à perte de charge plus faible.

Les tableaux 6 fournissent les valeurs des pentes des parties linéaires des enregistrements en état semi-fluidisé. Nous pensons qu'il ne serait pas logique de comparer ces valeurs à celles correspondant aux droites représentant l'état fixe lorsqu'il n'y a pas pulsation : le phénomène considéré n'est pas le même. Si nous examinons les tableaux 6, aucune loi ne se dégage nettement. Cependant, si nous considérons le cas des billes de 6 mm de diamètre, il semble que la pente diminue lorsque les paramètres V et f de pulsation augmentent, puis tend vers une valeur limite de l'ordre de 0,6. Si nous remarquons en outre qu'en valeur relative le débit pulsatoire induit par le piston est d'autant plus important devant le débit stationnaire dû à la pompe que le diamètre des particules diminue, nous pouvons penser que, dans le cas des billes de 4 et 2 mm de diamètre, la valeur limite pour la pente est atteinte même pour les conditions de pulsation les moins intenses. Il semblerait donc que la pente des parties linéaires correspondant à l'état semi-fluidisé à faible débit diminue lorsque le volume pulsé V ou la fréquence de pulsation f augmentent, mais pour tendre rapidement vers une valeur limite de l'ordre de 0,8.

TABLEAUX 6

Pente des parties linéaires des enregistrements

$\Delta P = f(Q)$ en couches pulsées

1°) Billes de verre de diamètre 2 mm

V cm^3 \ f mn^{-1}	50	100	150
58	0,825	1,11	0,880
116	0,850	0,874	0,994
174	0,735	0,856	0,956

2°) Billes de verre de diamètre 4 mm

V cm^3 \ f mn^{-1}	50	100	150
58	1,56	1,0	0,78
116	0,77	0,735	0,75
174	0,77	0,695	0,735

3°) Billes de verre de diamètre 6 mm

V cm^3 \ f mn^{-1}	50	100	150
58	1,69	1,23	1,12
116	1,41	0,99	0,800
174	1,05	0,875	0,815

5 - DEGRE DE VIDE DE LA COUCHE.-

Cette étude a été effectuée en même temps que la précédente et les conditions opératoires sont donc identiques. Rappelons que, en état semi-fluidisé ou en état fluidisé, la hauteur de la couche fluctue périodiquement et que nous mesurons une valeur moyenne dans le temps. L'allure des résultats est la même quelles que soient les valeurs des paramètres de pulsation et nous donnons, figures 16, 17 et 18 quelques exemples caractéristiques des courbes obtenues.

En échelles logarithmiques, les représentations obtenues comportent dans la zone des forts débits correspondant à l'état fluidisé une partie linéaire et on retrouve donc une loi analogue à celle de RICHARDSON et ZAKI [11]. Dans le domaine des faibles débits correspondant à l'état semi-fluidisé la représentation est curviligne : le degré de vide tend vers une valeur constante au fur et à mesure que le débit diminue ; nous n'avons pratiquement jamais atteint cette valeur constante puisque nos conditions expérimentales ne permettaient pas d'observer l'état fixe.

Nous avons réuni, dans les tableaux 7, les valeurs des pentes des droites correspondant à la gamme des forts débits. La valeur de la pente prévue par RICHARDSON et ZAKI dans le cas d'une couche non pulsée, identique pour les trois séries de billes est 2,39 et si nous comparons avec les résultats obtenus, nous constatons que l'écart maximum est de 13 % ; en première approximation, la loi de RICHARDSON et ZAKI semble donc pouvoir s'appliquer au cas des couches pulsées.

Nous indiquons dans les tableaux 8 des valeurs du degré de vide correspondant à des valeurs déterminées du débit ; nous avons choisi 3,2, 6,7 et 9,6 m^3/h, respectivement pour les billes de verre de diamètre 2, 4 et 6 mm. Pour chaque diamètre de billes les valeurs du degré de vide semblent indépendantes des paramètres de pulsation. Si en outre nous relevons parmi les résultats du chapitre précédent les valeurs correspondantes du degré de vide sans pulsation, soit $\varepsilon = 0,496$, $\varepsilon = 0,513$ et $\varepsilon = 0,531$ respectivement pour les billes de diamètre 2, 4 et 6 mm, nous constatons que quoique les valeurs avec pulsation soient systématiquement inférieures, l'écart reste faible.

Notre conclusion sera que la pulsation n'introduit aucune modification significative en ce qui concerne l'expansion des couches fluidisées.

TABLEAUX 7

Expansion des couches fluidisées pulsées

1°) Billes de verre de diamètre 2 mm

f mn^{-1} / V cm^3	50	100	150
58	2,405	2,50	2,58
116	2,55	2,665	2,675
174	2,61	2,675	2,69

2°) Billes de verre de diamètre 4 mm

f mn^{-1} / V cm^3	50	100	150
58	2,22	2,44	2,34
116	2,18	2,44	2,32
174	2,18	2,32	2,42

3°) Billes de verre de diamètre 6 mm

f mn^{-1} / V cm^3	50	100	150
58	2,08	2,11	2,11
116	2,19	2,25	2,12
174	2,10	2,27	2,21

TABLEAUX 8

Degré de vide des couches fluidisées pulsées

1°) Billes de diamètre 2 mm - Débit 3,2 m^3/h

V cm^3 \ f mn^{-1}	50	100	150
58	0,496	0,461	0,468
116	0,465	0,469	0,468
174	0,464	0,466	0,468

Ecart maximum :

$$\frac{\Delta \varepsilon}{\varepsilon} = \frac{35}{470} = 7,45\ \%$$

2°) Billes de diamètre 4 mm - Débit 6,72 m^3/h

V cm^3 \ f mn^{-1}	50	100	150
58	0,504	0,510	0,510
116	0,501	0,511	0,503
174	0,496	0,494	0,503

Ecart maximum :

$$\frac{\Delta \varepsilon}{\varepsilon} = \frac{17}{500} = 3,4\ \%$$

3°) Billes de diamètre 6 mm - Débit 9,6 m^3/h

V cm^3 \ f mn^{-1}	50	100	150
58	0,514	0,514	0,516
116	0,526	0,523	0,515
174	0,508	0,514	0,515

Ecart maximum :

$$\frac{\Delta \varepsilon}{\varepsilon} = \frac{18}{520} = 3,5\ \%$$

6 - DEBIT MINIMUM DE FLUIDISATION.-

Dans le cas de couches non pulsées, la notion de débit minimum de fluidisation implique l'existence d'une transition nette entre états fixe et fluidisé et s'il est possible de créer une telle situation au cours d'expériences de laboratoire soigneusement préparées, il est déjà beaucoup plus rare de la rencontrer dans la pratique. On sait par exemple la difficulté qu'il y a à préciser la notion de débit minimum dans le cas de la mise en fluidisation d'un produit solide de granulométrie étalée.

Dans le cas des couches pulsées, l'existence entre les états fixe et fluidisé d'un état intermédiaire, que nous avons appelé semi-fluidisé, enlève toute signification à la notion de débit minimum de fluidisation. En effet, l'examen des courbes représentant les variations de la perte de charge ou du degré de vide en fonction du débit démontre clairement qu'il n'existe plus de transition nette entre états fixe et fluidisé, mais bien plutôt une évolution lente et progressive. En fait, une couche semi-fluidisée est fixe pendant une fraction de temps, fluidisée pendant l'autre, et si pour faciliter l'exposé nous appelons γ la fraction de temps pendant laquelle elle est fluidisée, lorsque le débit augmente, γ passe progressivement de la valeur 0 à la valeur 1. Il n'est plus possible de parler de débit minimum de fluidisation et on doit considérer la plage de débits sur laquelle on observe l'état semi-fluidisé comme le domaine de mise en fluidisation.

Nous avons cependant remarqué que, généralement, la couche est complètement fluidisée lorsque le débit atteint des valeurs de l'ordre de 1,3 à 1,5 fois le débit minimum lorsqu'il n'y a pas pulsation.

7 - INFLUENCE DE LA FREQUENCE DE PULSATION SUR LA PERTE DE CHARGE.-

A débit nul et pour trois valeurs du volume pulsé $V = 58$, $V = 116$ et $V = 174$ cm^3, nous avons mesuré les variations de la perte de charge en fonction de la fréquence de pulsation. Les résultats obtenus sont représentés sur les figures 19, 20 et 21.

La perte de charge, nulle dans tous les cas pour les faibles valeurs de la fréquence, devient généralement négative lorsque la fréquence augmente. Nous entendons par là que la différence de niveau entre les branches du manomètre

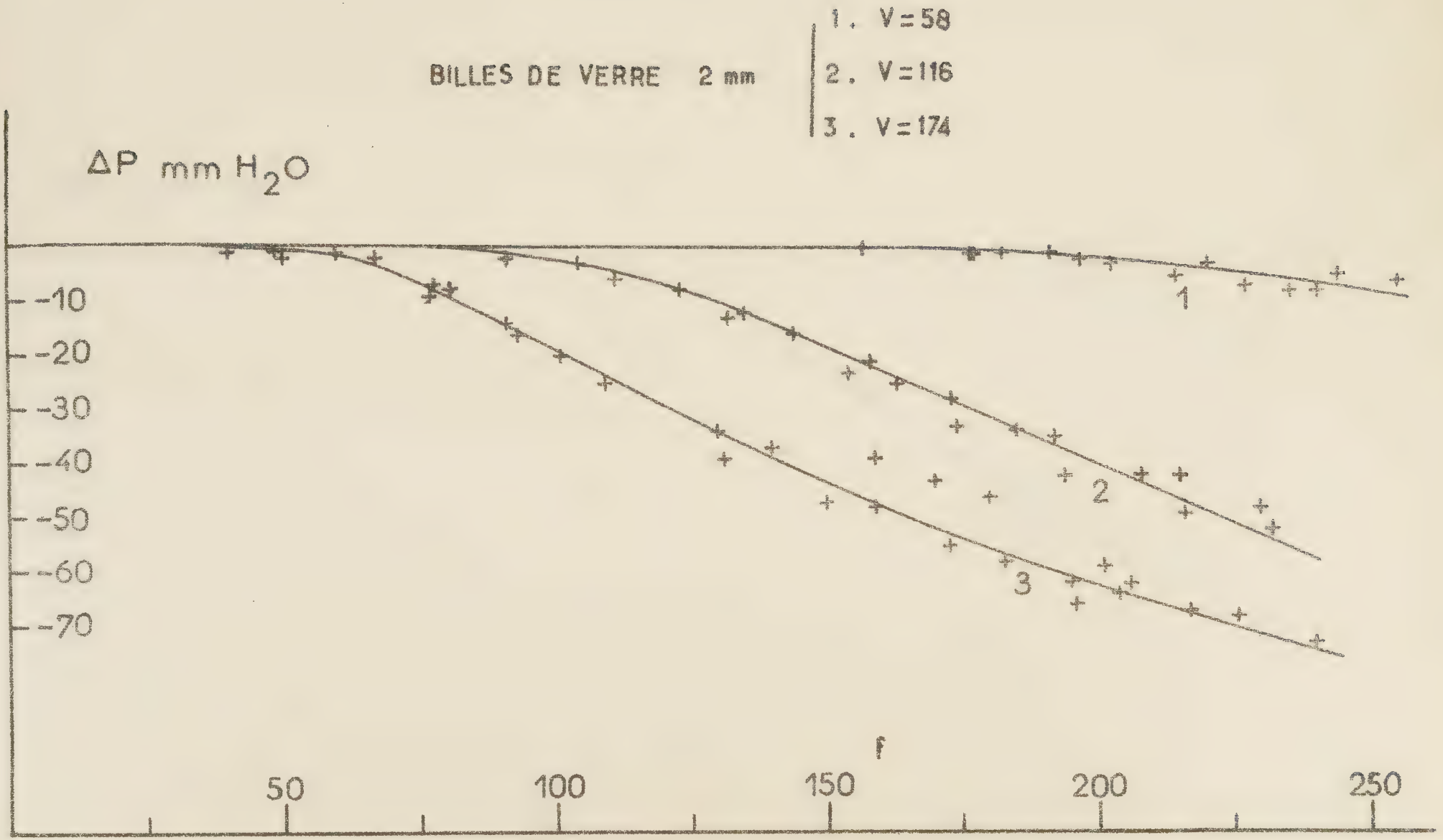

BILLES DE VERRE 2 mm
1. V = 58
2. V = 116
3. V = 174
ΔP mm H2O
-10
-20
-30
-40
-50
-60
-70
1
2
3
f
50
100
150
200
250

FIG.19

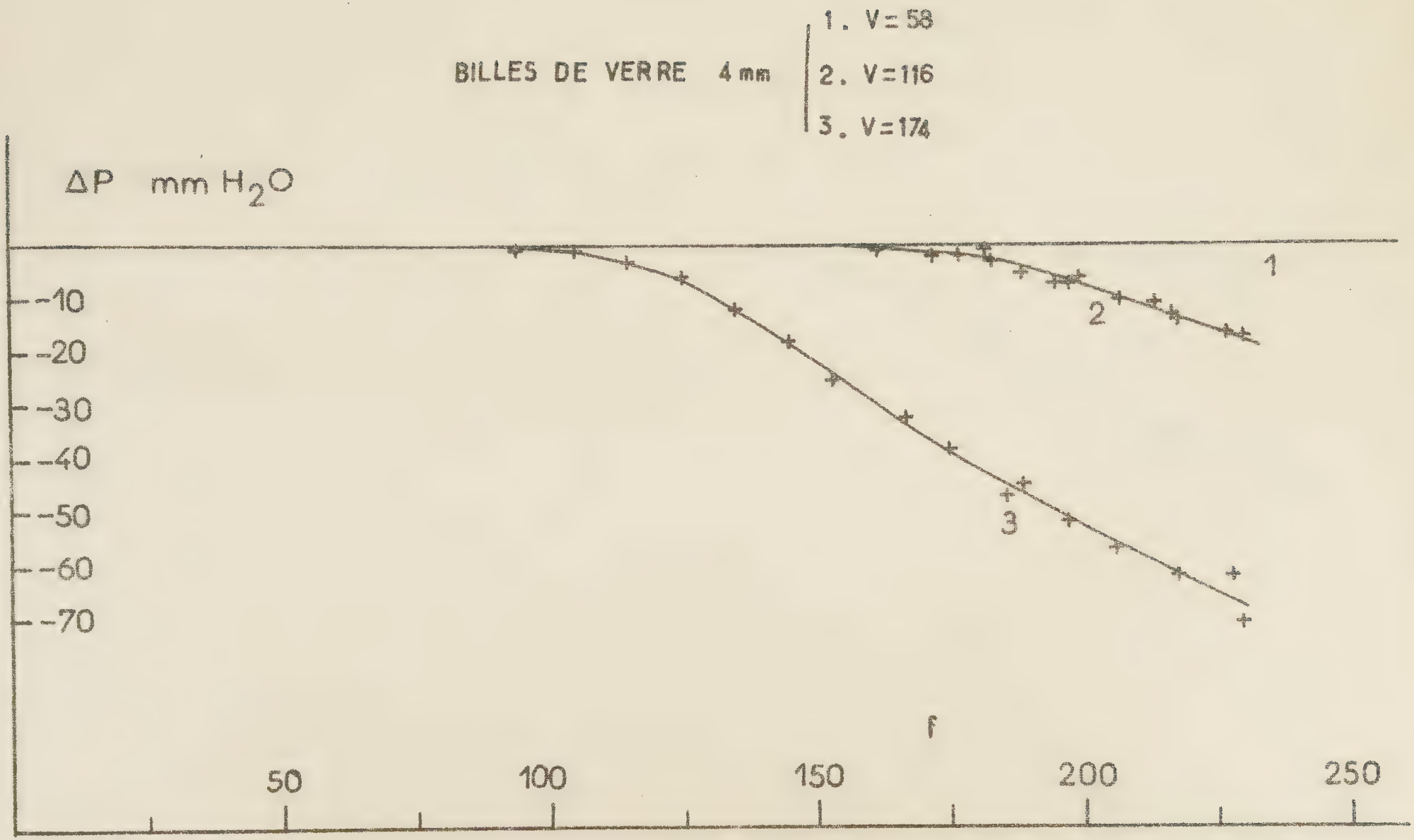

BILLES DE VERRE 4 mm
1. V = 58
2. V = 116
3. V = 174
ΔP mm H2O
-10
-20
-30
-40
-50
-60
-70
1
2
3
f
50
100
150
200
250

FIG. 20

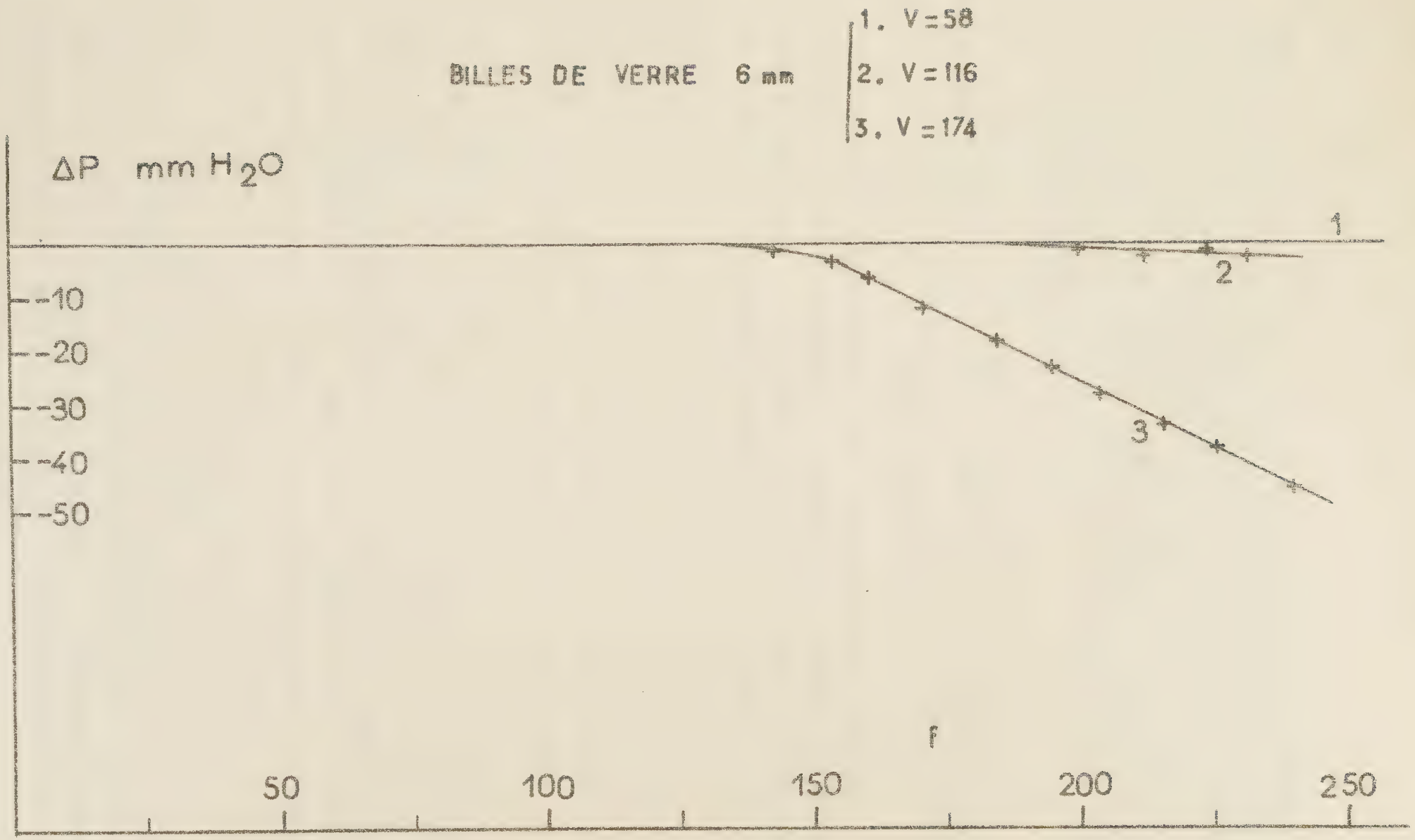

BILLES DE VERRE 6 mm
1. V = 58
2. V = 116
3. V = 174
ΔP mm H2O
-10
-20
-30
-40
-50
1
2
3
f
50
100
150
200
250

FIG. 21

s'établit dans le sens inverse de celui habituellement rencontré démontrant ainsi qu'en moyenne dans le temps la pression est plus importante au sommet qu'à la base de la colonne. Nous pouvons également remarquer que les valeurs négatives de la perte de charge apparaissent pour des valeurs de la fréquence d'autant plus faibles que le volume pulsé est important et que le diamètre des particules est petit. Enfin, à fréquence constante, la valeur absolue de la perte de charge est d'autant plus élevée que le volume pulsé est grand et que le diamètre des particules est petit.

Nous proposons une interprétation qualitative de l'ensemble des phénomènes décrits qui repose sur la constatation expérimentale d'une concordance étroite entre l'apparition des valeurs négatives de la perte de charge et le passage de l'état fixe à l'état semi-fluidisé.

La figure 22-a représente sous forme d'une fonction sinusoïdale les variations du débit instantané à l'intérieur de la colonne en fonction du temps. En couche fixe, si l'on suppose que les lois établies en régime permanent restent valables de façon instantanée, la perte de charge subie par le liquide est liée au débit par une relation de la forme $\Delta P = K\, Q^n$. Nous avons représenté figure 22-b les variations de ΔP en fonction du temps, en supposant pour effectuer le tracé que $n = 1$ et en affectant d'un signe positif les valeurs de la perte de charge enregistrées entre le bas et le haut de la colonne. La courbe obtenue est périodique et symétrique par rapport à l'axe des abscisses ; la valeur moyenne dans le temps de la perte de charge est nulle.

Si nous supposons maintenant que le débit instantané dans la colonne atteint des valeurs suffisamment élevées pour mettre en fluidisation le produit solide, nous savons que dès que la couche est fluidisée, la perte de charge devient constante et indépendante du débit. Les variations de la perte de charge en fonction du temps présentent maintenant l'allure indiquée figure 22-c ; la fonction périodique n'est plus symétrique par rapport à l'axe des abscisses et la valeur moyenne dans le temps de la perte de charge devient négative.

Du point de vue quantitatif, en supposant que le mouvement du piston est sinusoïdal, on peut montrer que la valeur maximum du débit instantané est égale à $\pi V f$. Après avoir relevé sur les figures 19, 20 et 21 les valeurs de la fréquence pour lesquelles apparaissent des valeurs négatives de la perte de charge, nous avons calculé les valeurs correspondantes du débit instantané maximum. Ces valeurs sont réunies dans le tableau 9 et nous pouvons constater d'une part que pour une série de billes de verre elles varient avec les conditions

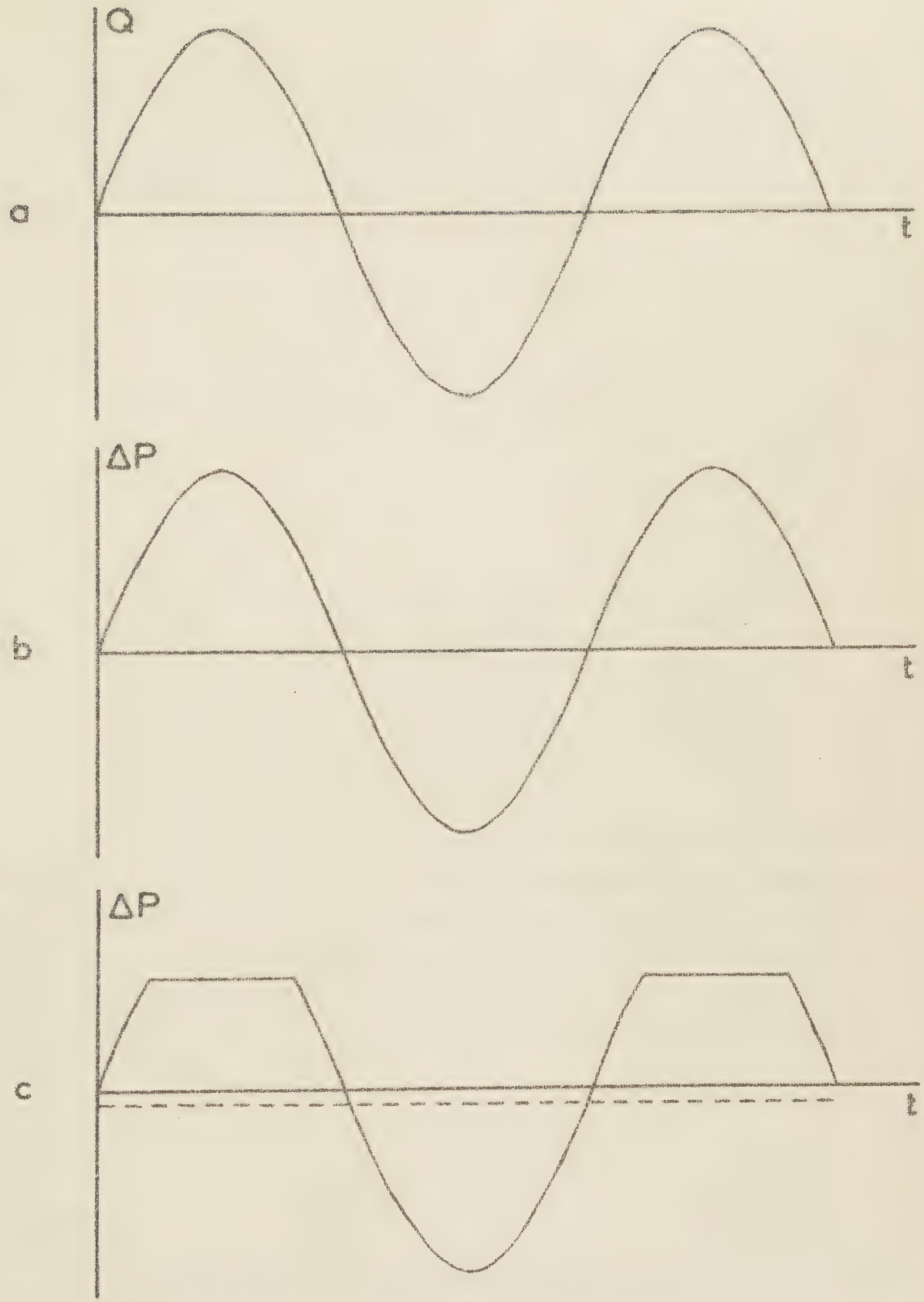


FIG. 22

opératoires et d'autre part qu'elles sont systématiquement inférieures aux valeurs du débit minimum de fluidisation déterminées au chapitre précédent. Nous attribuons cette différence au fait que les couches pulsées ont un degré de vide moins élevé que les couches non pulsées et sont donc mises en fluidisation pour des valeurs plus faibles du débit.

TABLEAU 9

Débit instantané correspondant à l'apparition de valeurs négatives pour la perte de charge

V cm^3 / dm mm	58	116	174
2	1,90	1,90	1,50
4	-	3,50	3,10
6	-	4,30	4,40

Nous avons enfin comparé certaines valeurs expérimentales négatives de la perte de charge avec les résultats de déterminations par intégration graphique. Quoique les ordres de grandeur soient respectés l'accord n'est généralement pas très satisfaisant montrant ainsi ou bien que l'explication proposée est trop simplifiée, ou bien que les lois utilisées, établies en régime permanent, ne sont plus valables en régime transitoire, ce qui nous paraît plus probable.

8 - CONCLUSIONS.-

L'étude hydrodynamique des couches fluidisées pulsées nous a permis de mettre en évidence l'existence de trois états différents de la couche : l'état fixe caractérisé par le contact entre particules, l'état fluidisé pour lequel les particules sont en suspension dans le courant liquide et enfin l'état semi-fluidisé qui comporte une succession de mises en fluidisation et de retours à l'état fixe, se déroulant à une fréquence égale à la fréquence de pulsation et pour lequel nous appelons χ la fraction de temps correspondant à

la fluidisation. Le passage de l'état fixe vers l'état fluidisé se fait par l'intermédiaire de l'état semi-fluidisé et lorsque le débit augmente ζ passe progressivement de la valeur 0 à la valeur 1. Dans ces conditions, la transition est très progressive et la notion de débit minimum de fluidisation perd toute signification. Nous avons dû nous limiter à constater que dans nos conditions opératoires, la couche semble complètement fluidisée pour des valeurs du débit de l'ordre de 1,3 à 1,5 fois le débit minimum de fluidisation sans pulsation.

Nous avons pu montrer qu'en état fluidisé, la perte de charge subie par le liquide à la traversée de la couche ne fluctue plus avec la pulsation et est égale, aux erreurs expérimentales près, au poids apparent des particules solides par unité de section droite de la colonne.

En ce qui concerne les propriétés d'expansion de la couche, nos résultats expérimentaux ne mettent en évidence aucune différence significative avec le comportement des couches non pulsées : non seulement la loi de RICHARDSON et ZAKI [11] est applicable, mais encore il apparaît que le degré de vide est, en première approximation, indépendant des conditions de pulsation.

Nous avons enfin pu mettre en évidence et interpréter qualitativement un phénomène particulier observé lorsque le débit fourni par la pompe est nul et qui consiste en un changement de signe de la perte de charge subie par le liquide qui, dans certaines conditions de pulsation, s'exerce entre le haut et le bas de la colonne.

A N N E X E

Mesure des pressions à l'aide des systèmes d'amortissement

La pression P en amont du système d'amortissement est fonction périodique du temps $P = P(t)$.

Lorsque le système d'amortissement est convenable, la pression P' en aval peut être considérée comme constante. En toute rigueur cependant, cette pression P' est fonction périodique du temps et le niveau dans les branches des manomètres varie très légèrement. Ces variations correspondent à un écoulement de liquide à travers le tube capillaire et si nous appelons ΔP la perte de charge correspondante, il apparaît que ΔP doit être fonction périodique du temps $\Delta P = \Delta P(t)$.

A un instant donné, on peut écrire :

$$P(t) + \Delta P(t) = P'$$

et en intégrant cette relation par rapport au temps sur une période, on obtient :

$$P' \, T = \int_0^T P(t) \, dt + \int_0^T \Delta P(t) \, dt$$

soit :

$$P' = \frac{1}{T} \int_0^T P(t) \, dt + \frac{1}{T} \int_0^T \Delta P(t) \, dt$$

Etant donné l'ordre de grandeur des variations de niveau que nous avons observées dans les branches des manomètres et de la fréquence des pulsations, il est possible de montrer qu'au cours de nos expériences le régime d'écoulement dans les capillaires a toujours été laminaire. On peut alors écrire :

$$\Delta P(t) = K\, Q(t)$$

K étant une constante et Q(t) représentant le débit instantané à travers le capillaire. Ce débit instantané est une fonction périodique du temps, mais en régime permanent sa valeur moyenne sur une période est nulle. Il s'ensuit que :

$$\int_0^T \Delta P(t)\, dt = \int_0^T K\, Q(t)\, dt = 0$$

Nous en déduisons alors que :

$$P' = \frac{1}{T} \int_0^T P(t)\, dt$$

P' la pression mesurée est égale à la valeur moyenne intégrale dans le temps de la valeur réelle P.

Remarque :

Si le régime d'écoulement devient intermédiaire ou turbulent, on doit écrire :

$\Delta P(t) = K\, Q(t)^n$ avec $1 < n < 2$. Alors $\int_0^T \Delta P(t)\, dt$ n'est plus nul. La valeur mesurée P' n'a plus de signification précise.

o

o o

- C H A P I T R E 4 -

TRANSFERT DE MATIERE PAR DIFFUSION EN FLUIDISATION LIQUIDE

— 0 —

I - ANALYSE BIBLIOGRAPHIQUE

1 - GENERALITES.-

Dans le cas d'un système constitué par une phase solide et une phase liquide, le phénomène choisi pour l'étude des transferts diffusionnels de matière est très souvent la dissolution.

Dans la littérature [13] le terme de dissolution désigne une opération au cours de laquelle de la matière passe d'une phase solide dans une phase liquide, mais, suivant les cas, le solide peut être un produit pur ou un mélange et il peut, ou non, y avoir réaction chimique en phase liquide. Nous ne nous intéresserons ici qu'au cas de la dissolution d'un corps pur, sans réaction chimique.

Du point de vue cinétique on peut alors distinguer deux étapes :

1°) Etape superficielle : les molécules, ions ou atomes constituant le solide passent en phase liquide.

2°) Etape de diffusion : les molécules, ions ou atomes en solution diffusent de l'interface entre le solide et le liquide vers le coeur du liquide.

Il est d'usage, et ce depuis les toutes premières études [14], de faire l'hypothèse que la première étape est très rapide devant la seconde, c'est-à-dire que, à l'interface, le solvant est saturé en corps soluble. Dans ces conditions, la vitesse de diffusion du soluté détermine seule la vitesse de dissolution du solide. Les lois régissant le phénomène sont donc celles de la diffusion et, dans le cas de transferts à faible flux, cas qui nous intéresse ici, on peut écrire [15] :

$$dm = k \, d\Omega \, \Delta C \qquad (1)$$

dm : quantité de matière dissoute par unité de temps kg/s

$d\Omega$: aire de l'interface solide-liquide m^2

ΔC : potentiel d'échange défini comme la différence entre les concentrations à l'interface et au coeur du liquide exprimées en kg/m^3 :

$$\Delta C = C^* - C$$

C^* est aussi la concentration à saturation

k coefficient de transfert de matière, ou coefficient d'échange m/s

L'intégration de cette équation différentielle pour l'ensemble d'une couche fluidisée est possible moyennant quelques hypothèses que nous allons préciser.

Soit une couche fluidisée de section S et de hauteur L. Le liquide est admis avec un débit Q. Sa concentration est C_1 au bas de la couche, C_2 en haut.

Au niveau l considérons une couche élémentaire d'épaisseur dl à travers laquelle la variation de concentration est dC.

Si la concentration C du liquide au niveau l est la même dans toute la section de la colonne, on peut écrire la loi fondamentale :

$$dm = k\, d\Omega\, (C^* - C) \qquad (2)$$

Un bilan matière sur la couche élémentaire indique

$$dm = Q\, d\, C$$

de plus,

$$d\Omega = S\, dl\, a$$

a étant la surface spécifique du produit solide.

En remplaçant dans l'équation (2), on obtient :

$$Q\, dC = k\, S\, dl\, a\, (C^* - C)$$

soit :

$$k\, dl = \frac{Q}{S\, a}\ \frac{dC}{C^* - C} \qquad (3)$$

En régime permanent Q et a sont des constantes.

La température étant uniforme, C* a la même valeur en tous les points de la couche fluidisée. Si de plus, nous faisons l'hypothèse que k est constant dans toute la couche, l'expression (3) s'intègre sous la forme :

$$kL = \frac{Q}{S\ a}\ \text{Ln}\ \frac{C^* - C_1}{C^* - C_2}$$

La moyenne logarithmique des potentiels d'échange entre l'entrée et la sortie de la couche fluidisée s'écrit :

$$\Delta C_{ML} = \frac{(C^* - C_1) - (C^* - C_2)}{\text{Ln}\ \frac{C^* - C_1}{C^* - C_2}} = \frac{C_2 - C_1}{\text{Ln}\ \frac{C^* - C_1}{C^* - C_2}}$$

donc :

$$kL = \frac{Q}{S\ a}\ \frac{C_2 - C_1}{\Delta C_{ML}}$$

soit :

$$k = \frac{Q}{S\ a\ L}\ \frac{C_2 - C_1}{\Delta C_{ML}}$$

Comme on a SaL = $\mathcal{A}$ aire d'échange totale et Q $(C_2 - C_1)$ = m masse totale échangée on obtient finalement la relation :

$$k = \frac{m}{\mathcal{A}\ \Delta C_{ML}} \qquad (4)$$

2 - RESULTATS ANTERIEURS.-

L'étude bibliographique complète du phénomène de transfert diffusionnel de matière entre un ensemble de particules solides et un fluide serait extrêmement longue. Deux remarques précisant le but poursuivi vont nous permettre de restreindre cette analyse des résultats antérieurs.

Il existe un certain nombre d'analogies de mécanisme entre les transferts en couche fixe et en couche fluidisée. Cependant, notre but est d'étudier les transferts de masse en couche fluidisée et non pas de rechercher ces analogies, et nous pensons que les résultats en ce domaine sont encore trop incomplets pour que leur utilisation soit fructueuse. Nous limiterons donc notre examen aux travaux concernant directement la fluidisation.

Nous devons en outre faire une distinction entre les couches en fluidisation liquide, de structure homogène, et les couches en fluidisation gazeuse, hétérogènes et caractérisées par la présence des bulles. Si dans le cas des premières, un transfert peut être purement diffusionnel, il n'en est pas de même pour les secondes car le phénomène de bullage se superpose toujours à la diffusion. Nous ne prendrons donc pas en considération les résultats relatifs à la fluidisation en phase gazeuse.

2-1 - DISSOLUTION EN COUCHES FLUIDISEES.-

Dans le tableau n° 10, nous avons résumé les caractéristiques et les résultats essentiels des travaux disponibles dans la littérature.

TABLEAU 10

Auteurs	Système	Diamètre du réacteur (cm)	Diamètre des particules (mm)	Sc	Re	Relation proposée
c CUNE et ILHELM [16]	Eau - β naphtol	10	3,2-6,3	1200-1500	4-700	-
VANS et ERALD [17]	Eau-acide benzoïque	5	0,3-1,8	1400-1600	1-70	$J_D \frac{(1-\varepsilon) d_m^{2,6}}{f} = 2,3\ 10^{-10} Re^{1,33}$ ⚠*
AN, YANG t WEN [18]	Eau-acide benzoïque	5	0,7-2,4	1020-1540	5-120	$Sh = 2,0 + 1,51 \left[(1-\varepsilon)Re\right]^{1/2} Sc^{1/3}$

⚠* Cette relation n'étant pas sous forme adimensionnelle, il convient d'utiliser le système d'unités préconisé par les auteurs

Re : nombre de REYNOLDS $Re = \frac{d_m\ u_o\ \rho_l}{\mu}$

Sh : nombre de SHERWOOD $Sh = \frac{k\ d_m}{D}$

Sc : nombre de SCHMIDT $Sc = \frac{\mu}{\rho_l\ D}$

J_D : facteur de transfert de matière $J_D = \frac{Sh}{Re\ Sc^{1/3}}$

f : facteur de frottement $f = \frac{g\ d_m\ \rho_l\ (\rho_S - \rho_l)\ (1-\varepsilon)}{2\ u_o^2\ \rho_l^2}$

d_m : diamètre des particules

μ , ρ_l : viscosité et masse spécifique du liquide

ρ_S : masse spécifique du solide

D : diffusivité

La relation proposée par EVANS et GERALD suppose une analogie de mécanisme entre les transferts de matière et de quantité de mouvement. Toutefois, FAN, YANG et WEN ont montré que les résultats de EVANS et GERALD peuvent être représentés convenablement par une relation de la forme de celle qu'ils proposent. Signalons enfin que FAN, YANG et WEN ont pu représenter leurs résultats et ceux de EVANS et GERALD par des relations différentes, de la forme :

$$Sh = 2,0 + B\ Re^{m}\ Sc^{1/3}$$

2-2 - ASSEMBLAGES RIGIDES DE PARTICULES.-

Ainsi que le démontre par exemple la relation de RICHARDSON et ZAKI [11] pour un système fluidisé déterminé, le degré de vide et le nombre de REYNOLDS ne sont pas des variables indépendantes et il est impossible de mesurer séparément leurs influences sur le transfert de matière. C'est pourquoi quelques chercheurs ont étudié les transferts de matière dans le cas de milieux de degré de vide constant, constitués par des assemblages rigides de particules solides maintenues par des tiges métalliques. Les influences du degré de vide et du nombre de REYNOLDS sont alors aisément déterminées. Nous allons rapporter les principaux résultats qui ont été obtenus en employant cet artifice expérimental, mais en faisant remarquer qu'ils ne sont pas nécessairement valables dans le cas des couches fluidisées.

En 1962, MULLIN et TRELEAVEN [19] ont publié un mémoire résumant un ensemble de travaux relatifs au transfert diffusionnel de matière entre un solide et un liquide dans le cas d'une sphère unique, d'assemblages rigides et de couches fluidisées. Sans entrer dans les détails des techniques utilisées, il est cependant nécessaire de préciser que les couches fluidisées étaient constituées de particules inertes d'acétate de cellulose, le transfert de matière étant déterminé à partir d'une particule d'acide benzoïque se déplaçant librement au sein des particules inertes.

Parmi les résultats obtenus, nous retiendrons que :

1°) Les valeurs correspondant aux assemblages de particules et aux couches fluidisées sont en accord. Les assemblages constitueraient donc des modèles satisfaisants de couches fluidisées. Cependant, il faut noter que les résultats obtenus dans le cas de la fluidisation sont peu nombreux, ce qui limite la portée de cette conclusion.

2°) A degré de vide constant, le nombre de SHERWOOD Sh est proportionnel à la racine carrée du nombre de REYNOLDS Re

$$Sh \propto Re^{1/2}$$

3°) L'influence du degré de vide ε sur le transfert de matière est importante ; quand ε diminue le transfert augmente. Les auteurs n'ont pas proposé de relation traduisant quantitativement ces variations.

En 1965, ROWE et CLAXTON [20] ont rapporté les résultats d'une étude sur les transferts de matière au sein d'assemblages rigides de sphères. Ils ont écrit :

$$Sh = A + B\, Re^{n}\, Sc^{1/3}$$

avec :

$$A = \frac{2}{1 - (1 - \varepsilon)^{1/3}}$$

$$B = \frac{0,70}{\varepsilon}$$

et :
$$\frac{2 - 3n}{3n - 1} = 4,65\ Re^{-0,28}$$

Cette relation retrouve les conclusions plus qualitatives de MULLIN et TRELEAVEN : le nombre de SHERWOOD augmente quand ε diminue ; l'exposant du nombre de REYNOLDS est variable mais de l'ordre de 1/2 dans le domaine étudié par MULLIN et TRELEAVEN. En outre, ROWE et CLAXTON ont réalisé quelques expériences sur le transfert de matière en couche fluidisée ; les résultats obtenus sont en assez bon accord avec la relation proposée dans le cas d'assemblages rigides.

2-3 - CONCLUSIONS.-

De cette revue bibliographique se dégagent un certain nombre de résultats :

1°) le transfert de matière diffusionnel entre les particules solides et le liquide constituant une couche fluidisée peut être représenté par une relation entre les quatre nombres adimensionnels Sh, Re, Sc et ε .

2°) La forme de relation généralement utilisée est exponentielle :

$$Sh = A + B\ \varepsilon^{m}\ Re^{n}\ Sc^{p}$$

Le terme A traduit la contribution à l'échange de la diffusion moléculaire et, dans le cas d'un écoulement turbulent, est généralement faible devant le second terme. Etant donné la précision des mesures de transfert de matière, il est souvent légitime de négliger A et d'adopter une relation de la forme :

$$Sh = B\ \varepsilon^{m}\ Re^{n}\ Sc^{p}$$

3°) La valeur de l'exposant du nombre de SCHMIDT très généralement adoptée est $p = \frac{1}{3}$, soit :

$$Sh = B'\ \varepsilon^{m}\ Re^{n}\ Sc^{1/3}$$

4°) Les variations du degré de vide et du nombre de REYNOLDS ont une influence importante sur le transfert de matière. Comme pour un système fluidisé donné ces variables ne sont pas indépendantes, il est difficile de déterminer leurs influences respectives. Cependant, les travaux les plus récents [20] prévoient que le transfert de matière est inversement proportionnel au degré de vide.

$$Sh = \frac{B''}{\varepsilon}\ Re^{n}\ Sc^{1/3}$$

3 - ETUDE CRITIQUE.-

La synthèse des conclusions de divers travaux disponibles dans la littérature a permis de dégager la forme de relation qui, en l'état actuel des connaissances, semble le mieux convenir pour représenter les résultats de transfert de matière en couches fluidisées, et nous allons maintenant l'utiliser pour représenter simultanément le plus grand nombre possible de valeurs expérimentales. Nous pourrons ainsi à la fois préciser la validité de la forme de relation à laquelle nous nous sommes arrêté et apprécier la compatibilité des mesures d'origines diverses. Les résultats obtenus étant peu satisfaisants, nous nous attacherons ensuite à mettre en évidence certaines imperfections des techniques expérimentales utilisées par divers auteurs, et enfin nous terminerons cette étude critique en proposant une nouvelle méthode de détermination de l'influence du degré de vide sur le transfert de matière.

3-1 - RELATION DE LA FORME $Sh = \frac{B}{\varepsilon} Re^n Sc^{1/3}$

Utilisant le système de coordonnées $\left[(Sh\ Sc^{-1/3}\ \varepsilon),\ Re \right]$ et des échelles logarithmiques, nous avons réuni sur la figure 23 certaines valeurs expérimentales de Mc CUNE et WILHELM [16], EVANS et GERALD [17], FAN, YANG et WEN [18], MULLIN et TRELEAVEN [19] et ROWE et CLAXTON [20].

Les résultats de Mc CUNE et WILHELM et ceux de ROWE et CLAXTON dans le cas des couches fluidisées, dont le détail est précisé dans les publications correspondantes, ont été reportés exactement. Les résultats de MULLIN et TRELEAVEN ont été relevés sur la figure 6 page B 66 de leur mémoire. Dans les autres cas, les auteurs fournissaient des relations de la forme

$$Sh = A + B\ \varepsilon\ Re^n\ Sc^{1/3}$$

que nous avons utilisées en négligeant le terme A ; l'erreur ainsi commise, généralement faible, peut cependant atteindre 20 % dans les conditions les plus défavorables.

L'examen de la figure 23 permet de dégager trois conclusions différentes :

1°) La relation générale proposée par ROWE et CLAXTON traduit convenablement l'allure des variations mises en évidence par l'ensemble des valeurs expérimentales.

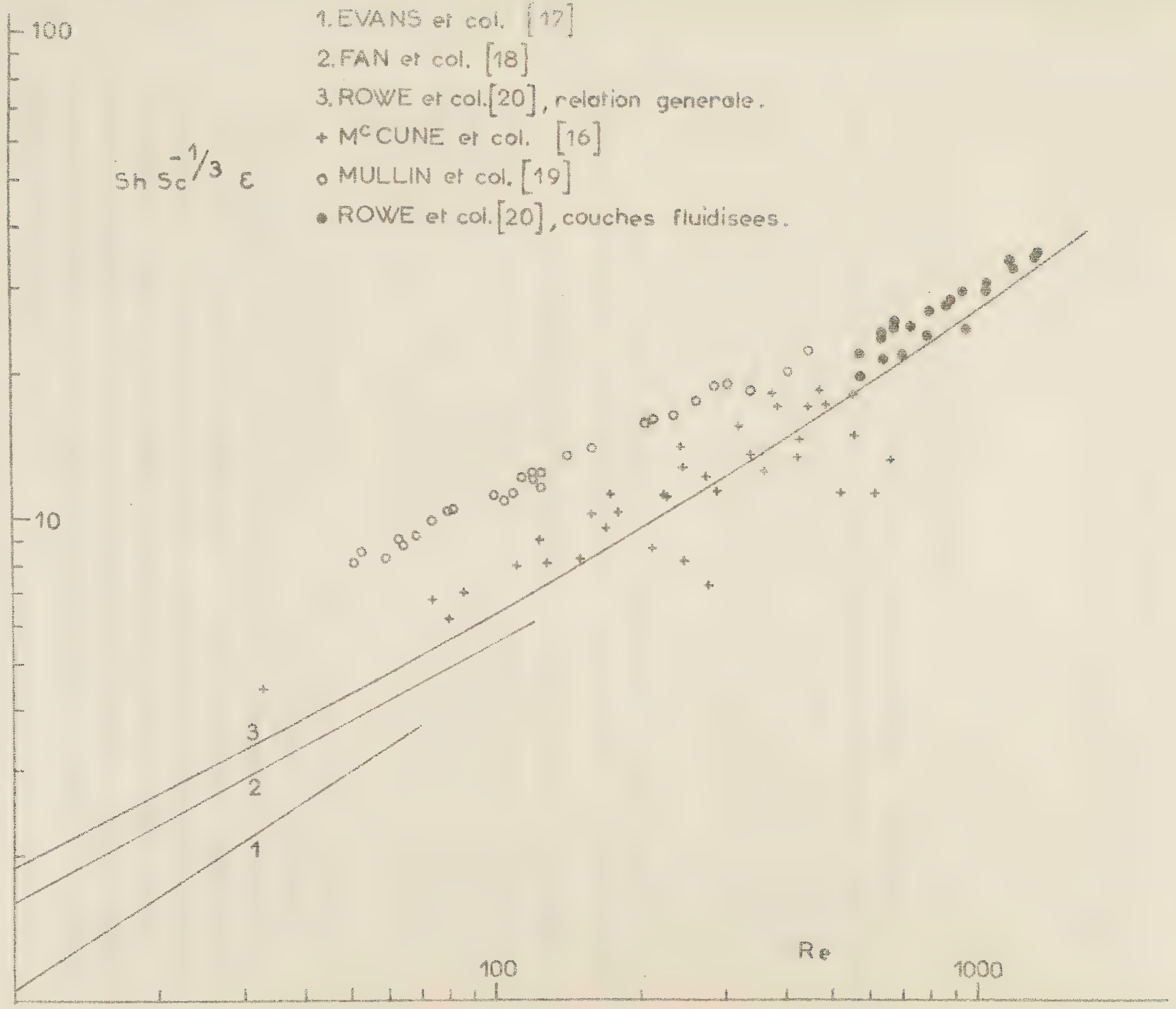

1. EVANS et col. [17]
2. FAN et col. [18]
3. ROWE et col. [20], relation generale.
+ Mc CUNE et col. [16]
o MULLIN et col. [19]
• ROWE et col. [20], couches fluidisees.
Sh Sc^-1/3 ε
100
10
3
2
1
100
Re
1000

FIG. 23

2°) Il existe des écarts importants entre résultats d'origines diverses.

3°) Les résultats de Mc CUNE et WILHELM sont très dispersés.

Nous allons maintenant revenir plus en détail sur chacune des deux dernières conclusions.

3-2 - DIVERGENCES ENTRE LES DIVERS RESULTATS.-

Il est délicat et difficile de critiquer un travail expérimental à partir des renseignements, nécessairement limités, d'un compte-rendu écrit publié dans une revue spécialisée. Cependant, c'est certainement à des imperfections des techniques mises en oeuvre que l'on doit attribuer les écarts entre les divers résultats. Sans avoir la prétention de rendre compte entièrement de ces divergences, nous voulons indiquer un certain nombre de faits qui ont retenu notre attention.

1°) Les colonnes utilisées sont généralement de faible diamètre et il n'est pas certain que l'influence des parois n'ait pas parfois été importante.

2°) La description des systèmes utilisés pour distribuer le liquide à la base de la colonne est généralement très sommaire, parfois inexistante. Il semble qu'une attention suffisante n'ait pas été apportée à ce problème et on peut penser que l'existence au sein des couches fluidisées de passages préférentiels plus ou moins importants a perturbé les mesures de transfert de matière (voir chapitre 2).

3°) Les particules utilisées par EVANS et GERALD [17] et par FAN, YANG et WEN [18] ont été préparées par concassage de produit solide, puis tamisage permettant de recueillir une fraction de granulométrie resserrée. Le produit fini est donc de forme anguleuse et il est certain que la détermination de l'aire d'échange n'a pu se faire de façon précise. De ce point de vue les méthodes utilisées par Mc CUNE et WILHELM [16], ROWE et CLAXTON [20] et MULLIN et TRELEAVEN [19] consistant à comprimer de la poudre et à fabriquer des particules de forme connue et sensiblement sphérique nous paraissent beaucoup plus satisfaisantes.

4°) La technique expérimentale mise en oeuvre par ROWE et CLAXTON [20] semble contestable. Ces auteurs utilisent une couche fluidisée constituée par des billes de verre de 6 mm de diamètre environ dans laquelle ils placent deux ou trois particules d'acide benzoïque : le transfert de matière est déterminé à partir de la variation de masse de ces particules d'acide benzoïque ; le degré de vide est déterminé sur l'ensemble de la couche de billes de verre. Cependant, étant donnée la différence entre les densités du verre, de l'ordre de 2600 kg/m^3, et de l'acide benzoïque, de l'ordre de 1300 kg/m^3, lorsque la couche est mise en fluidisation, les particules d'acide benzoïque doivent se rassembler à la surface supérieure de la couche où la valeur du degré de vide local, difficile à déterminer, est certainement nettement supérieure à la valeur moyenne pour l'ensemble de la couche.

5°) La technique utilisée par MULLIN et TRELEAVEN [19] est beaucoup plus satisfaisante, car les particules d'acétate de cellulose ont une masse spécifique très voisine de celle des particules d'acide benzoïque. Il n'en reste pas moins vrai qu'il n'a jamais été démontré que, dans le cas de couches fluidisées, la dilution du solide par des particules inertes ne modifiait pas l'intensité du transfert de matière.

6°) Les assemblages rigides de particules utilisés par MULLIN et TRELEAVEN [19] et par ROWE et CLAXTON [20] ne comportent que trois ou quatre rangées successives de particules et nous pensons que c'est peut être insuffisant pour constituer un modèle convenable de couche fluidisée.

En conclusion, les remarques précédentes atténuent très fortement la confiance que l'on peut accorder aux résultats expérimentaux disponibles dans la littérature. Nous pensons que la technique utilisée par ROWE et CLAXTON conduit à sous-estimer de manière importante les valeurs de ε et donc de $Sh\ Sc^{-1/3}\varepsilon$ qui figurent en ordonnée figure 23. L'accord, somme toute convenable en ce qui concerne les ordres de grandeur, entre les valeurs proposées par ROWE et celles d'autres auteurs introduit un doute quant à l'exactitude de l'ensemble des mesures expérimentales.

3-3 - INFLUENCE DU DEGRE DE VIDE SUR LE TRANSFERT DE MATIERE.-

Nous avons observé sur la figure 23 que les résultats expérimentaux de Mc CUNE et WILHELM [16] sont très dispersés. En particulier, les points représentant des mesures effectuées à forte valeur du degré de vide se placent nettement plus bas que ceux représentant les autres résultats. Ce fait permet de mettre en doute la validité du mode de représentation utilisé en particulier en ce qui concerne l'influence du degré de vide, et celle, qui lui est étroitement liée, du nombre de REYNOLDS.

Nous proposons une méthode permettant de préciser les influences respectives de ε et de Re à partir de données expérimentales relatives uniquement aux couches fluidisées. L'hypothèse de base est que les paramètres du problème sont limités aux trois groupes adimensionnels $(Sh\ Sc^{-1/3})$, Re et ε. Il est alors possible d'étudier de façon séparée les influences des deux variables ε et Re en utilisant plusieurs systèmes fluidisés différents, constitués de particules de même nature et de même forme, mais de dimensions différentes. Traçant pour chaque système les variations de $(Sh\ Sc^{-1/3})$ et de ε en fonction de Re, il est facile en coupant les réseaux de courbes obtenus par des parallèles à l'axe des ordonnées, d'obtenir les variations de $(Sh\ Sc^{-1/3})$ en fonction de ε à Re constant.

Nous avons pu effectuer une telle étude à partir des résultats expérimentaux de Mc CUNE et WILHELM qui ont mesuré le transfert de matière pour trois valeurs différentes du diamètre des particules solides 3,2 ; 4,8 et 6,4 mm. La figure 24 représente en coordonnées logarithmiques les variations de $(Sh\ Sc^{-1/3})$ en fonction de ε pour quatre valeurs du nombre de REYNOLDS. Sauf pour Re = 180, la représentation est sensiblement linéaire ; la pente des droites diminue de - 1,70 à - 2,70 lorsque Re augmente. Il semble donc que la loi d'inverse proportionnalité proposée par ROWE et CLAXTON ne soit pas vérifiée ; la portée d'une telle conclusion est atténuée par les réserves faites au paragraphe précédent quant à la validité des résultats expérimentaux de Mc CUNE et WILHELM.

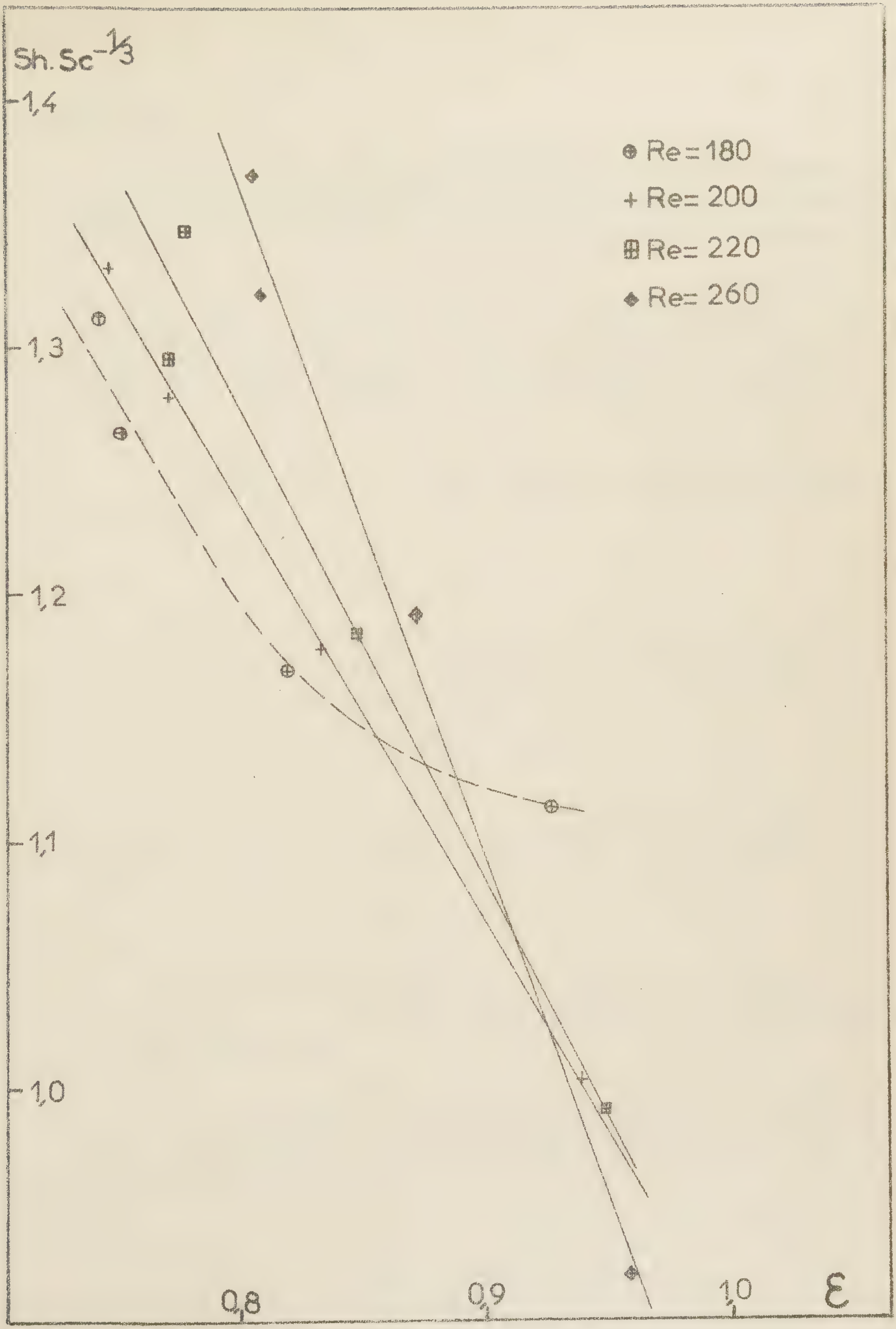


FIG. 24

4 - CONCLUSIONS.-

L'examen de divers travaux rapportés dans la littérature a permis de dégager quelques résultats intéressants dont la signification a ensuite été modifiée par une étude critique détaillée. Nous retiendrons finalement :

1°) La traduction des résultats relatifs au transfert de matière diffusionnel entre les particules solides et le liquide constituant une couche fluidisée fait intervenir les quatre groupes adimensionnels, nombre de REYNOLDS Re, nombre de SHERWOOD Sh, nombre de SCHMIDT Sc et degré de vide ε.

2°) La relation entre ces quatre nombres adimensionnels est de forme exponentielle :

$$Sh = A + B\ \varepsilon^{m}\ Re^{n}\ Sc^{p}$$

Le terme A représentant la contribution de la diffusion moléculaire est très faible et étant donné la précision des mesures expérimentales, il est généralement légitime de le négliger :

$$Sh = B\ \varepsilon^{m}\ Re^{n}\ Sc^{p}$$

3°) L'influence de variations des propriétés physiques du système utilisé est convenablement traduite en adoptant pour p la valeur 1/3 :

$$Sh = B'\ \varepsilon^{m}\ Re^{n}\ Sc^{1/3}$$

4°) La valeur -1 pour l'exposant m du degré de vide, préconisée par divers auteurs et en particulier ROWE et CLAXTON [20] peut être utilisée en première approximation.

5°) Le développement de quelques critiques relatives à certains travaux a permis d'émettre de sérieures réserves quant à la validité des résultats expérimentaux connus.

o

o o

6°) Une méthode, utilisant uniquement les résultats de mesures de transfert en couches fluidisées, a permis d'étudier dans un cas particulier l'influence du degré de vide et de montrer que la loi d'inverse proportionnalité ne constitue certainement qu'une approximation de la réalité.

o

o o

II - ETUDE EXPERIMENTALE

1 - MODE OPERATOIRE.-

1-1 - APPAREILLAGE.-

Il a été décrit chapitre 1. Sauf indication contraire, la circulation de l'eau a été organisée suivant le schéma dit en circuit ouvert. Nous avons utilisé le système de distribution n° 3 qui, étant donné la gamme de débits utilisés, convient parfaitement et permet d'obtenir des couches sans passage préférentiel.

1-2 - PRODUITS.-

Le phénomène diffusionnel retenu est la dissolution de l'acide benzoïque dans l'eau.

Nous avons déjà décrit la fabrication par compression des particules d'acide benzoïque et précisé leurs caractéristiques géométriques et physiques.

Etant donné les débits importants mis en jeu, nous avons utilisé l'eau du réseau. Toutes les propriétés physiques de l'eau ont été relevées dans la littérature [21].

Les variations de la diffusivité D de l'acide benzoïque dans l'eau en fonction de la température ont été relevées dans la littérature [22] et sont rappelées dans le tableau n° 11.

TABLEAU 11

Température °C	10	15	20	25
$D.10^{11}$ m^2/s	54,8	65,4	77,6	92,6

Les variations de la solubilité de l'acide benzoïque dans l'eau en fonction de la température ont été déterminées expérimentalement. Des solutions saturées ont été préparées dans un bain thermostaté, par agitation pendant 24 heures au moins d'un mélange d'eau et de particules d'acide benzoïque. Le dosage a été effectué à l'aide de soude 0,02 - 0,04 N avec comme indicateur coloré la phtaléine de phénol [15]. Les résultats sont réunis sur la figure 25 et on constate que les valeurs correspondant à l'eau du réseau et à l'eau distillée sont identiques. L'accord avec les valeurs données dans la littérature [15, 23] est satisfaisant.

1-3 - MESURE DU TRANSFERT DE MATIERE.-

La première étape consiste à mesurer la valeur du coefficient d'échange k défini par la relation :

$$k = \frac{m}{Q \Delta C_{ML}}$$

1°) Détermination de m : la concentration en acide benzoïque de l'eau à la sortie de la colonne étant trop faible pour qu'un dosage acidimétrique puisse être effectué, elle se fait à partir de la variation de masse du solide.

La charge fraîchement préparée est lavée dans un courant d'eau de façon à éliminer toute trace de poudre. Elle est ensuite séchée dans un courant d'air tiède jusqu'à ce que sa masse demeure constante (des conditions de séchage convenables ont été déterminées empiriquement que nous avons utilisées tout au long de ce travail). Après dissolution, la charge est à nouveau séchée et pesée. Par différence entre les masses initiale et finale, on obtient la masse dissoute m.

2°) Détermination de ΔC_{ML} : le débit d'eau est mesuré grâce à un diaphragme, la durée de l'expérience à l'aide d'un chronomètre. Il est alors possible de calculer la masse dissoute par heure et, en supposant que le transfert est constant dans le temps, la concentration de l'eau à la sortie de la colonne. La concentration à l'entrée est nulle.

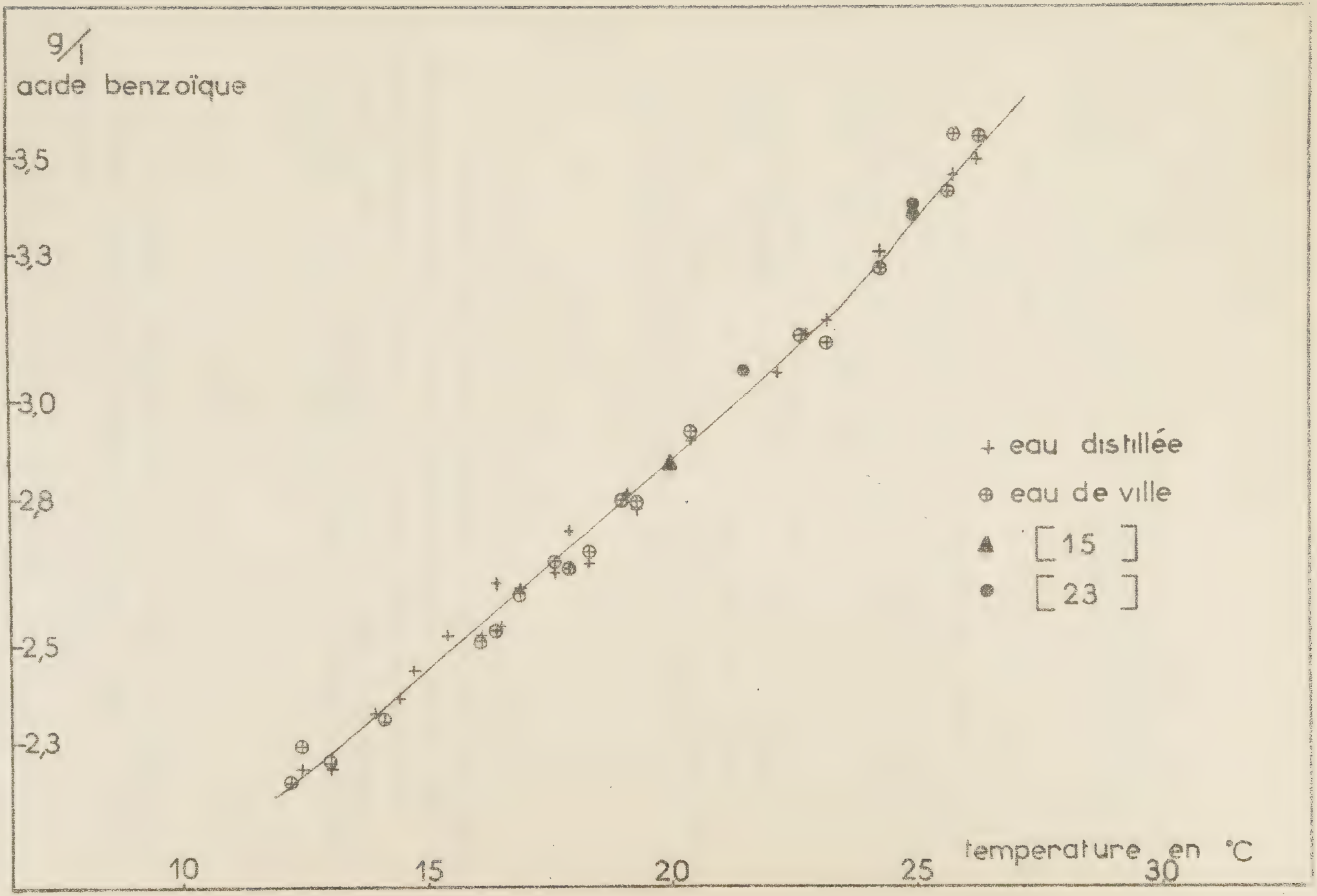

g/l
acide benzoïque
3,5
3,3
3,0
2,8
2,5
2,3
10
15
20
25
30
température en °C
+ eau distillée
⊕ eau de ville
▲ [15]
● [23]

FIG. 25

La température de l'eau est repérée avec un thermomètre de précision au 1/10ème de degré, et on peut alors lire sur la courbe représentant les variations de la solubilité en fonction de la température, la concentration à saturation correspondante.

Tous les éléments nécessaires pour le calcul de ΔC_{ML} sont alors connus.

3°) Détermination de $\mathcal{A}$: par pesée à l'aide d'une balance de précision au 1/10ème de milligramme de 10 échantillons de 10, 20 ou 50 particules suivant le cas, il est possible de déterminer la masse moyenne d'une particule ainsi que l'écart autour de cette moyenne. Pour les charges que nous avons utilisées cet écart n'a jamais dépassé 5 %.

Connaissant la masse totale et la masse d'une particule, il est possible de déterminer le nombre N de particules de la couche. De plus, à partir de la masse d'une particule et de la masse spécifique du produit on peut calculer le diamètre équivalent de la particule. Nous avons adopté comme valeur du diamètre d_m la moyenne arithmétique entre les diamètres initial et final. L'aire d'échange $\mathcal{A}$ est alors égale à :

$$\mathcal{A} = N \pi d_m^2$$

Le calcul du coefficient d'échange k devient alors possible.

La seconde étape consiste à déterminer les valeurs des quatre groupes adimensionnels, nombre de REYNOLDS, SHERWOOD et SCHMIDT et degré de vide. En ce qui concerne les trois premiers, tous les éléments nécessaires sont connus. Le degré de vide est calculé à partir de la valeur de la hauteur L de la couche, mesurée au cathétomètre, à l'aide de la relation déjà utilisée précédemment lors des études hydrodynamiques

$$\varepsilon = 1 - \frac{M}{\rho_S S L}$$

Etant donné les variations dues à la dissolution, nous avons adopté comme valeur du degré de vide la demi-somme des valeurs en début et en fin d'expérience.

1-4 - REMARQUES.-

1°) Une difficulté expérimentale importante résulte de l'utilisation de l'eau du réseau qui libère dans l'installation une certaine quantité de gaz dissous. Ce gaz est entraîné vers la colonne de fluidisation et apparaît sous forme de petites bulles dont une proportion non négligeable se fixe à la surface des particules d'acide benzoïque, modifiant la masse apparente des particules ainsi que les caractéristiques de la couche, en particulier le degré de vide. En outre, l'aire d'échange effective est diminuée .

Ce phénomène n'a pu être supprimé mais son intensité a été atténuée par des purges fréquentes de l'installation éliminant tout le gaz accumulé dans les points hauts. De plus, pour éviter que les propriétés de la couche ne soient trop modifiées au cours d'une expérience, périodiquement nous agitions très brièvement avec une tige en verre, de façon à détacher les bulles fixées à la surface des particules.

2°) Les durées des expériences ont été choisies de façon à ce que les variations de dimension des particules solides ne soient pas trop importantes. Le diamètre n'a jamais diminué de plus de 5 %.

3°) L'introduction des particules solides dans la colonne se fait par le sommet, sans arrêter la circulation d'eau dont le débit est réglé et la température stabilisée. Il s'écoule environ 10 secondes entre le début de l'introduction et le moment où la couche fluidisée est formée.

D'autre part, à la fin de l'expérience la pompe est arrêtée et la colonne vidangée. Cette opération dure environ 20 secondes.

Il y a donc une incertitude d'une trentaine de secondes sur la mesure de la durée de l'expérience, qui a toujours été au minimum d'une dizaine de minutes.

2 - ETUDE PRELIMINAIRE.-

Afin de mettre au point la technique expérimentale, nous avons effectué à partir de deux charges de particules d'acide benzoïque 15 mesures de transfert de matière, dont les résultats sont réunis dans le tableau n° 12 et représentés en échelles logarithmiques dans le système de coordonnées $\left[(Sh\ Sc^{-1/3}\ \varepsilon),\ Re\right]$ en même temps que certaines valeurs relevées dans la littérature figure 26.

Comme l'étude bibliographique avait permis de le prévoir, le groupe sans dimension $Sh\ Sc^{-1/3}\ \varepsilon$ est fonction croissante de Re. Mais aussi bien en ce qui concerne les valeurs numériques, que l'allure de variation, les résultats que nous avons obtenus diffèrent de ceux de la littérature. Sauf dans le domaine des faibles valeurs du nombre de REYNOLDS où il y a accord avec les mesures de MULLIN et TRELEAVEN [19] nos résultats sont plus élevés, et l'augmentation avec le nombre de REYNOLDS plus rapide. Bien que l'analyse bibliographique ait permis de prévoir un tel phénomène, nous avons entrepris un ensemble de vérifications de la technique utilisée.

2-1 - VERIFICATIONS DE LA METHODE DE MESURE.-

1°/ Préparation des particules d'acide benzoïque avant l'introduction dans la colonne.

Nous avons déjà signalé cette propriété des particules d'acide benzoïque de fixer sur leur surface des bulles d'air. Ce phénomène doit être évité au maximum au moment de l'introduction du solide dans la colonne de fluidisation.

Nous avons choisi de placer initialement la charge dans une colonne en verre de 100 mm de diamètre remplie d'eau et fermée à la base par un bouchon.

Les bulles d'air sont éliminées par agitation, puis le mélange d'eau et de solide est introduit dans la colonne sans aucun contact avec l'air. Nous avons vérifié que la masse dissoute lors de cette phase de préparation est très faible, de l'ordre de 1 à 2 g, et négligeable devant la masse totale dissoute au moins égale à 100 g.

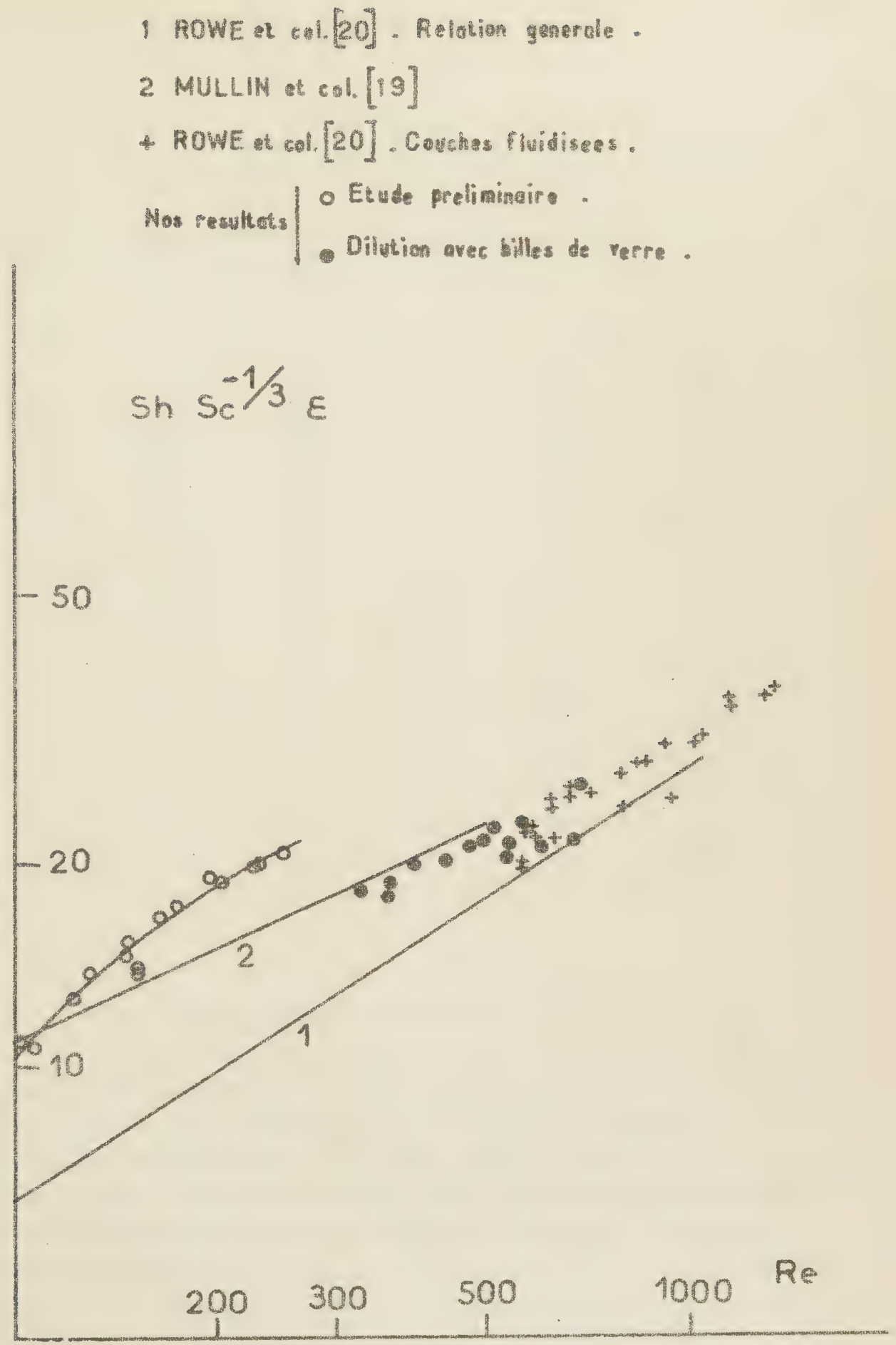

1 ROWE et col. [20] . Relation generale .
2 MULLIN et col. [19]
+ ROWE et col. [20] . Couches fluidisees .
Nos resultats
o Etude preliminaire .
● Dilution avec billes de verre .
Sh Sc^-1/3 ε
50
20
10
2
1
200
300
500
1000
Re

FIG. 26

TABLEAU 12

Résultats de l'étude préliminaire

T (°C)	d_m (cm)	Re	Sh	Sc	ε
14,2	0,598	147	358	1850	0,522
14,0	0,598	193	414	1870	0,569
14,1	0,580	202	380	1850	0,606
14,3	0,584	230	396	1830	0,616
14,5	0,569	129	326	1810	0,513
14,3	0,574	164	374	1830	0,548
14,2	0,558	146	333	1850	0,540
14,8	0,561	174	370	1775	0,565
15,0	0,544	107	264	1750	0,487
14,3	0,547	250	382	1830	0,668
14,3	0,534	232	364	1830	0,675
14,7	0,530	102	266	1790	0,500
14,7	0,522	122	292	1790	0,525
15,4	0,557	152	304	1715	0,548
15,4	0,552	152	307	1715	0,532

2°/ - Introduction des particules et vidange de la colonne

Nous avons déjà décrit ces deux phases dont la durée totale est d'environ 30 secondes. Divers essais nous ont permis de constater que la masse dissoute correspondante, variable suivant les conditions et en particulier la masse totale de la charge est de l'ordre de 10 à 20 g. Bien que cette dissolution secondaire soit loin d'être négligeable, elle n'est cependant pas susceptible d'augmenter notablement les valeurs du coefficient d'échange.

L'incertitude sur la mesure de la durée de l'expérience, que nous avons déjà signalée par ailleurs et l'incertitude sur la mesure de la masse réellement dissoute au cours de la fluidisation ne sont pas indépendantes. Etant donné le mode opératoire que nous avons systématiquement utilisé pour mesurer le temps et les compensations qui en résultaient, nous évaluons à 10 % environ l'incertitude résultante sur la valeur du coefficient d'échange.

3°/ - Effet de jet au niveau de la plaque perforée

Nous avons déjà signalé cet effet au cours de l'étude hydrodynamique. Nous avons voulu vérifier qu'aucune augmentation du transfert de matière ne l'accompagnait. Pour cela nous avons réalisé deux expériences, la première avec une couche de très faible hauteur, la seconde avec une couche de hauteur beaucoup plus importante, correspondant à des valeurs extrêmes pour notre étude et nous avons dans chaque cas déterminé les grandeurs caractéristiques qui sont réunies dans le tableau 13.

TABLEAU 13

T (°C)	Re	Sh	Sc	ε	L moyen (cm)
15,0	164	348	1775	0,610	6,0
15,0	164	317	1775	0,609	19,5

Nous constatons que le transfert de matière est plus important dans le cas de la couche de faible hauteur, mais que l'écart est faible et de l'ordre des erreurs de mesure. Donc, nous pouvons penser qu'aucun transfert de matière anormal ne se produit au niveau de la plaque perforée constituant le fond de la colonne.

L'ensemble de vérifications que nous venons de rapporter permet d'affirmer qu'aucun transfert de matière secondaire important ne s'effectue au cours de nos expériences.

2-2 - DILUTION A L'AIDE DE BILLES DE VERRE.-

Disposant de billes de verre de 6 mm de diamètre, nous avons pu effectuer un certain nombre d'expériences en utilisant la technique décrite par ROWE et CLAXTON [20]. Nous avons mesuré le transfert de matière à partir de la variation de masse de 10 particules d'acide benzoïque introduites grâce à un tube en verre au sein de la couche fluidisée de billes de verre. Ainsi que nous l'avions annoncé au cours de l'analyse bibliographique, immédiatement les particules d'acide benzoïque de masse spécifique plus faible se rassemblent à la surface supérieure de la couche. Les résultats obtenus sont réunis tableau n° 14 et représentés sur la figure 26.

TABLEAU 14

T (°C)	Re	Sh	Sc	ε
14,9	360	478	1762	0,472
14,9	360	454	1762	0,478
15,4	328	437	1715	0,454
15,2	392	489	1730	0,495
15,2	436	465	1730	0,520
15,2	475	470	1730	0,540
15,1	514	489	1740	0,556
15,0	541	449	1750	0,571
15,0	495	473	1750	0,551
17,0	610	399	1560	0,613
17,3	675	390	1530	0,640
16,8	695	469	1570	0,653
17,0	578	445	1560	0,599
17,0	538	407	1560	0,583

Nous constatons que l'accord avec les résultats de ROWE et CLAXTON est bon. Nous en déduisons que :

1°) Les particules d'acide benzoïque que nous fabriquons sont convenables. En effet, la technique utilisée par ROWE pour préparer le produit solide a été mise au point au cours d'études sur le transfert entre une sphère unique et un courant liquide et a donné toute satisfaction.

2°) L'utilisation de l'eau du réseau n'introduit pas de perturbations importantes.

3°) La technique mettant en oeuvre une couche fluidisée de billes de verre inertes n'est pas convenable. Elle conduit à utiliser des valeurs du degré de vide beaucoup trop faibles.

2-3 - CONCLUSIONS.-

Les vérifications effectuées sur la méthode de mesure semblent satisfaisantes et nous pensons que la série d'expériences effectuées à l'aide de billes de verre, permettant de retrouver les valeurs proposées par ROWE et CLAXTON [20], est particulièrement probante.

Dans ces conditions nous allons maintenant rechercher, à l'aide de la méthode décrite au cours de l'analyse bibliographique, l'influence du degré de vide sur le transfert de matière.

3 - INFLUENCE DU DEGRE DE VIDE.-

Nous avons mesuré le transfert de matière pour cinq systèmes fluidisés constitués de particules solides de diamètres différents. Les résultats obtenus sont réunis tableau n° 15.

La figure 27 représente, en échelles linéaires, les variations de $(Sh\ Sc^{-1/3})$ en fonction de Re. La figure 28 représente les variations de ε en fonction de Re ; sur cette figure les échelles sont logarithmiques car il existe une relation exponentielle entre ε et Re.

TABLEAUX 15

1°) Diamètre moyen des particules : 0,607 cm

T (°C)	Re	Sh	Sc	ε
17,2	141	329	1535	0,496
17,0	180	371	1560	0,534
16,8	202	385	1570	0,556
16,9	230	388	1565	0,583
16,7	248	408	1580	0,600
16,7	268	403	1580	0,620
16,6	288	381	1590	0,640

2°) Diamètre moyen des particules : 0,578 cm

T (°C)	Re	Sh	Sc	ε
15,0	135	352	1750	0,502
15,0	147	380	1750	0,517
14,9	160	362	1762	0,539
14,8	185	406	1775	0,568
14,6	206	392	1798	0,602
14,6	226	391	1798	0,628
14,5	238	402	1810	0,642
14,5	261	400	1810	0,665

TABLEAUX 15 (suite)

3°) Diamètre moyen des particules : 0,538 cm

T (°C)	Re	Sh	Sc	ε
15,1	114	308	1740	0,500
15,0	134	327	1750	0,525
14,9	154	348	1762	0,555
14,9	172	323	1762	0,577
14,9	194	348	1762	0,618
14,9	210	337	1762	0,635
14,9	227	358	1762	0,657
14,7	242	364	1788	0,681

4°) Diamètre moyen des particules : 0,520 cm

T (°C)	Re	Sh	Sc	ε
15,1	113	284	1740	0,508
15,1	129	292	1740	0,533
15,1	149	296	1740	0,558
14,9	165	306	1762	0,585
14,8	185	314	1775	0,626
14,9	202	324	1762	0,645
14,7	215	322	1788	0,664
14,8	238	324	1775	0,694

5°) Diamètre moyen des particules : 0,495 cm

T (°C)	Re	Sh	Sc	ε
15,1	112	256	1740	0,528
15,1	122	272	1740	0,546
15,1	145	277	1740	0,578
14,9	157	288	1762	0,600
14,8	177	292	1775	0,631
14,7	194	294	1788	0,656
14,7	208	296	1788	0,676
14,7	225	301	1788	0,703

Remarque :

Les valeurs des pentes des droites obtenues sur la figure 28 sont réunies dans le tableau 16-1.

TABLEAU 16-1

d_m (mm)	6,1	5,8	5,4	5,2	4,95
Pente	2,10	1,87	1,92	1,89	1,98

Les relations de RICHARDSON et ZAKI [11] permettent de calculer pour la pente une valeur de 2,39 quel que soit le diamètre. Nous avons vérifié que le désaccord entre nos déterminations expérimentales et la valeur calculée existe aussi, quoique moins marqué, dans le cas du travail de Mc CUNE et WILHELM [16]. On peut calculer à partir des résultats de ces auteurs les valeurs réunies dans le tableau 16-2.

TABLEAU 16-2

d_m (mm)	6,4	4,8	3,2
Pente	2,0	2,10	2,30

Il semblerait donc, du moins pour les valeurs élevées du diamètre, que la loi proposée par RICHARDSON et ZAKI ne représente pas de façon précise les propriétés d'expansion des couches de particules d'acide benzoïque. Nous devons cependant rappeler que, étant donné la dissolution, les valeurs du degré de vide considérées sont les moyennes obtenues en faisant la demi somme des valeurs en début et en fin d'expérience.

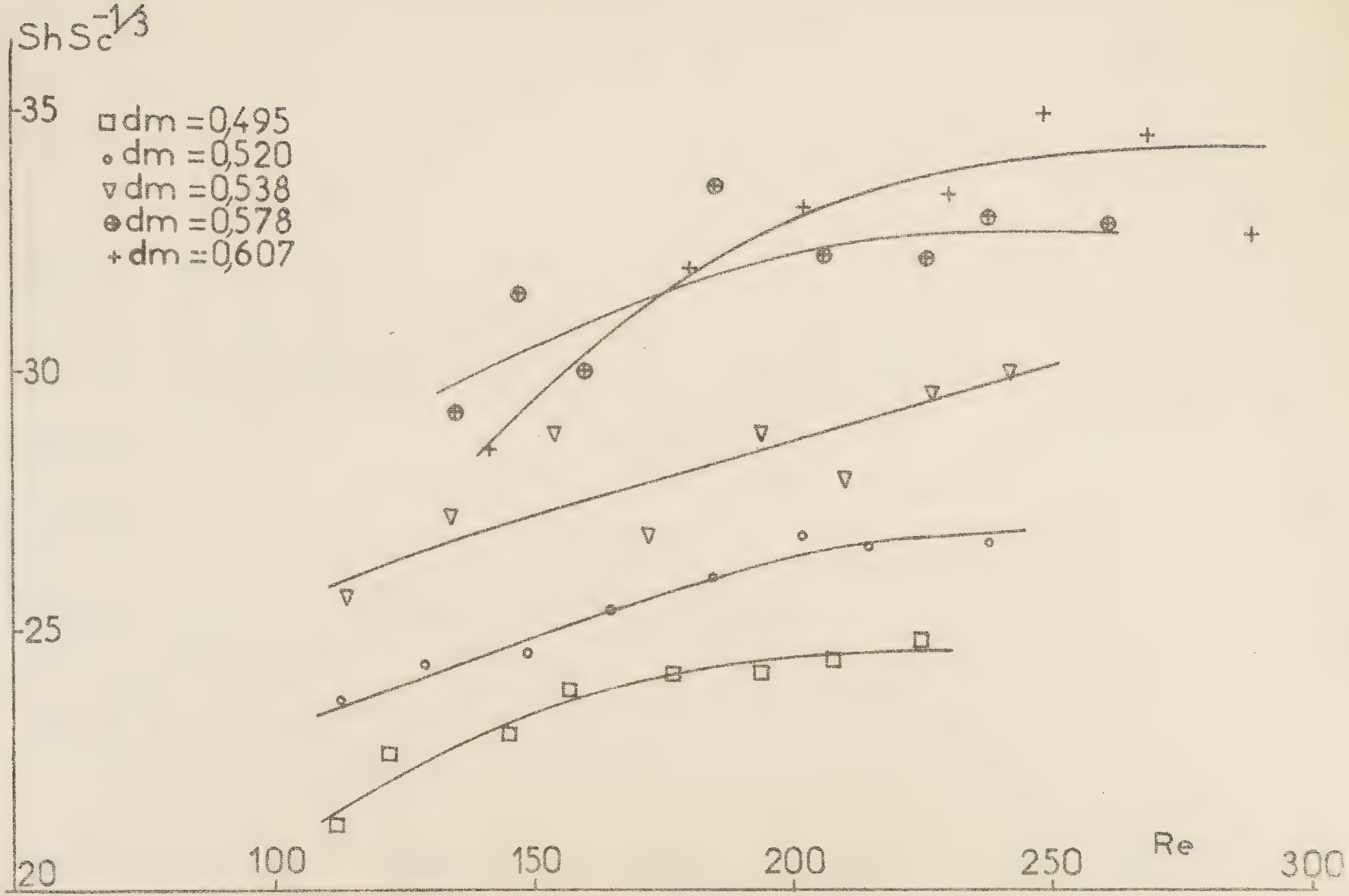

$Sh\,Sc^{-1/3}$
35
30
25
20
□ dm = 0,495
∘ dm = 0,520
▽ dm = 0,538
⊕ dm = 0,578
+ dm = 0,607
100
150
200
250
300
Re

FIG. 27

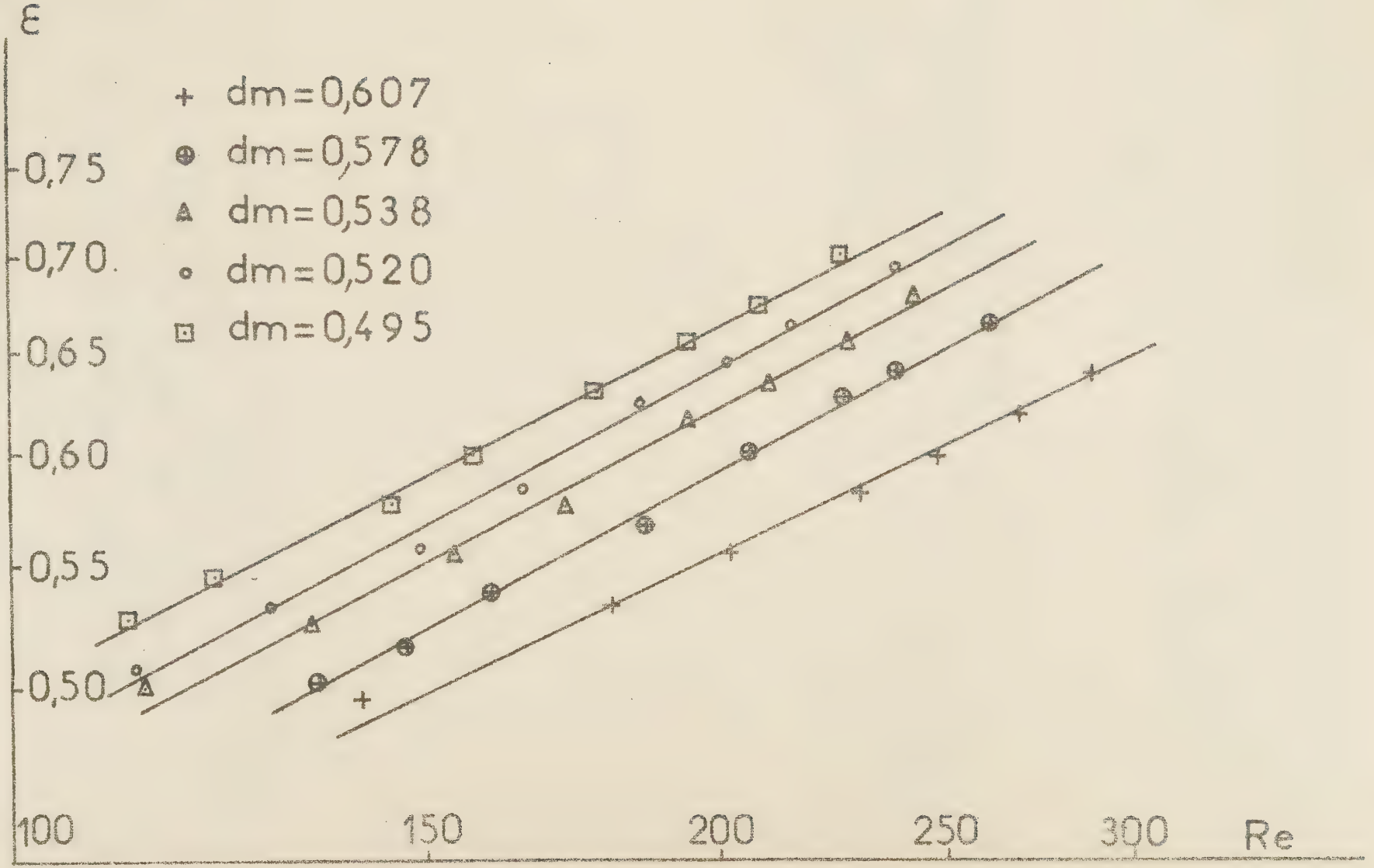

ε
+ dm=0,607
⊕ dm=0,578
△ dm=0,538
○ dm=0,520
□ dm=0,495
0,75
0,70
0,65
0,60
0,55
0,50
100
150
200
250
300
Re

FIG. 28

En coupant les réseaux de courbes représentés figures 27 et 28 par des droites à nombre de REYNOLDS constant, on peut déterminer les variations de $(Sh\ Sc^{-1/3})$ en fonction de ε. Du point de vue quantitatif, il est certain qu'un grand nombre de fonctions différentes doivent permettre de représenter ces variations. Guidé par l'analyse bibliographique, nous avons recherché des formes de relations exponentielles, tout d'abord entre $(Sh\ Sc^{-1/3})$ et ε, ensuite entre $(Sh\ Sc^{-1/3})$ et $1 - \varepsilon$.

3-1 - RELATION DE FORME EXPONENTIELLE ENTRE $(Sh\ Sc^{-1/3})$ et ε.-

La figure 29 représente en échelles logarithmiques les variations de $(Sh\ Sc^{-1/3})$ en fonction de ε. Pour chaque valeur du nombre de REYNOLDS les cinq points correspondants se disposent de façon satisfaisante le long d'une droite. Nous avons réuni dans le tableau 17 les valeurs des pentes de ces droites.

TABLEAU 17

Re	Pente
150	- 1,96
175	- 2,04
200	- 2,17
225	- 2,21

Ainsi que nous l'avions déjà observé en utilisant les valeurs expérimentales de Mc CUNE et WILHELM, les valeurs de la pente diminuent légèrement lorsque Re augmente, mais étant donné l'incertitude liée à leurs déterminations, nous avons décidé d'adopter comme valeur moyenne - 2.

La relation représentant le transfert de matière diffusionnel s'écrit alors :

$$Sh = \frac{B}{\varepsilon^2}\ Re^n\ Sc^{1/3}$$

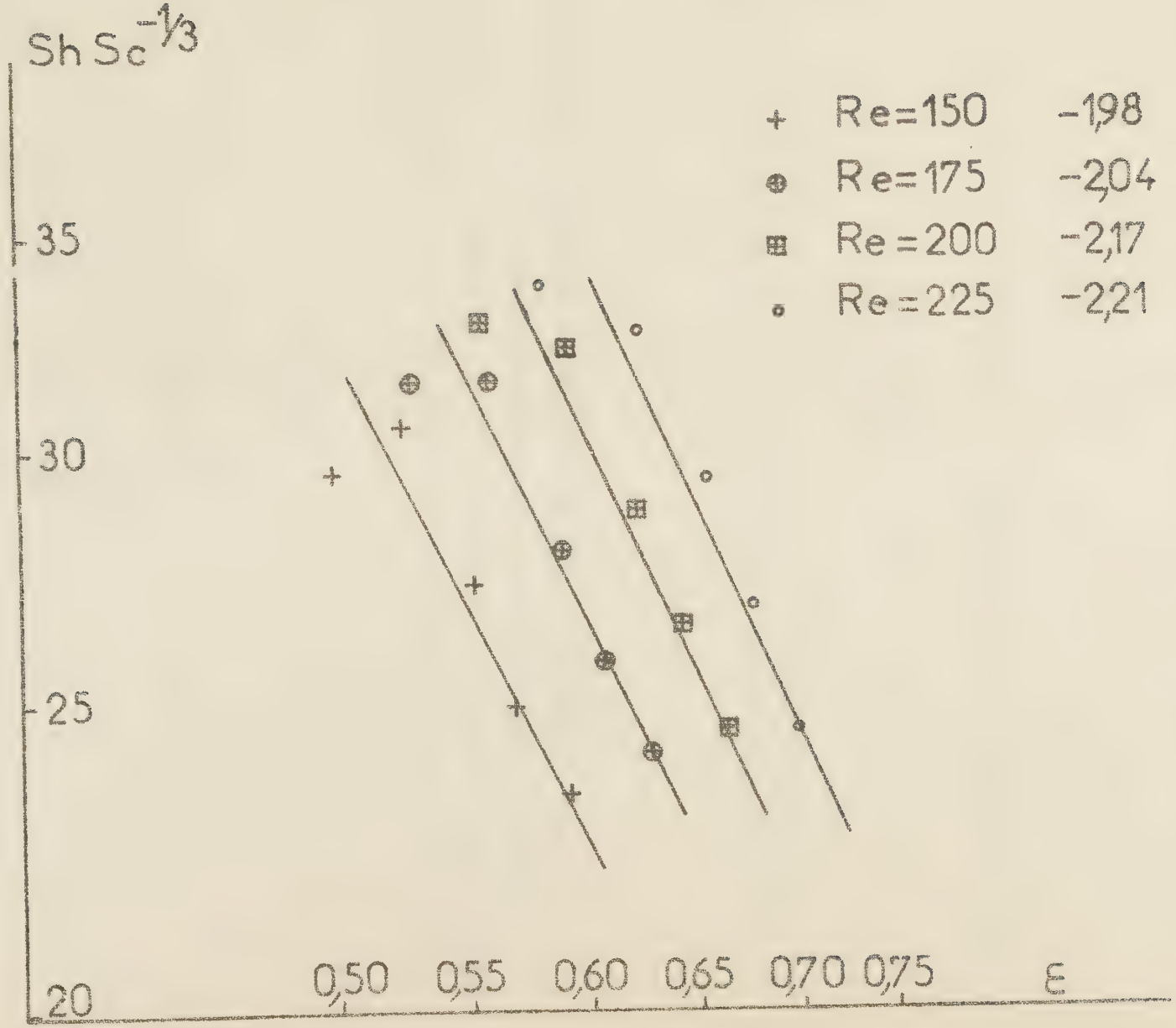

Sh Sc$^{-1/3}$
35
30
25
20
0,50
0,55
0,60
0,65
0,70
0,75
ε
+ Re=150 −1,98
⊕ Re=175 −2,04
⊞ Re=200 −2,17
∘ Re=225 −2,21

FIG. 29

De façon à déterminer les valeurs de B et de n, nous avons représenté l'ensemble de nos résultats expérimentaux dans le système de coordonnées $\left[(Sh\ Sc^{-1/3}\ \varepsilon^{2}),\ Re\right]$ (figure 30). Les points représentatifs se répartissent de façon très convenable le long d'une droite. Nous avons déterminé par la méthode des moindres carrés les valeurs de B et n :

$$B = 5{,}367\ 10^{-2}$$

$$n = 1{,}00$$

La relation représentant le transfert de matière s'écrit maintenant :

$$Sh = \frac{5{,}367 \cdot 10^{-2}}{\varepsilon^{2}}\ Re\ Sc^{1/3}$$

L'écart entre les résultats expérimentaux et les valeurs correspondantes fournies par la relation peut atteindre 20 %, mais en moyenne n'est que de 4,5 %.

3-2 - RELATION DE FORME EXPONENTIELLE ENTRE $(Sh\ Sc^{-1/3})$ et $(1 - \varepsilon)$.-

La figure 31 représente en échelles logarithmiques les variations de $(Sh\ Sc^{-1/3})$ en fonction de $(1 - \varepsilon)$. Ici encore une représentation linéaire semble convenable, et nous avons rassemblé les valeurs des pentes des droites dans le tableau 18.

TABLEAU 18

Re	Pente
150	1,49
175	1,34
200	1,21
225	1,17

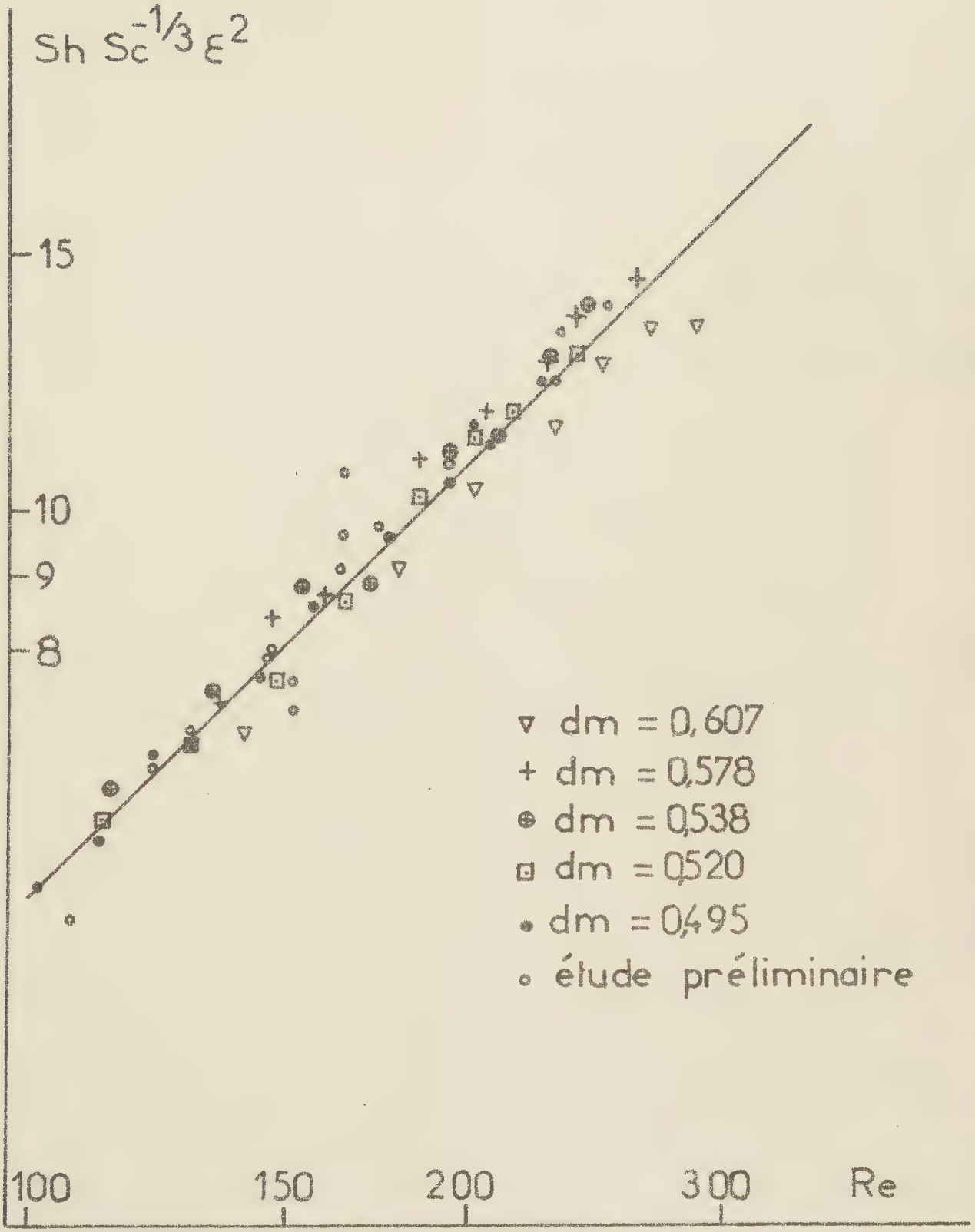

Sh Sc^-1/3 ε^2
15
10
9
8
▽ dm = 0,607
+ dm = 0,578
⊕ dm = 0,538
⊡ dm = 0,520
• dm = 0,495
∘ étude préliminaire
100
150
200
300
Re

FIG. 30

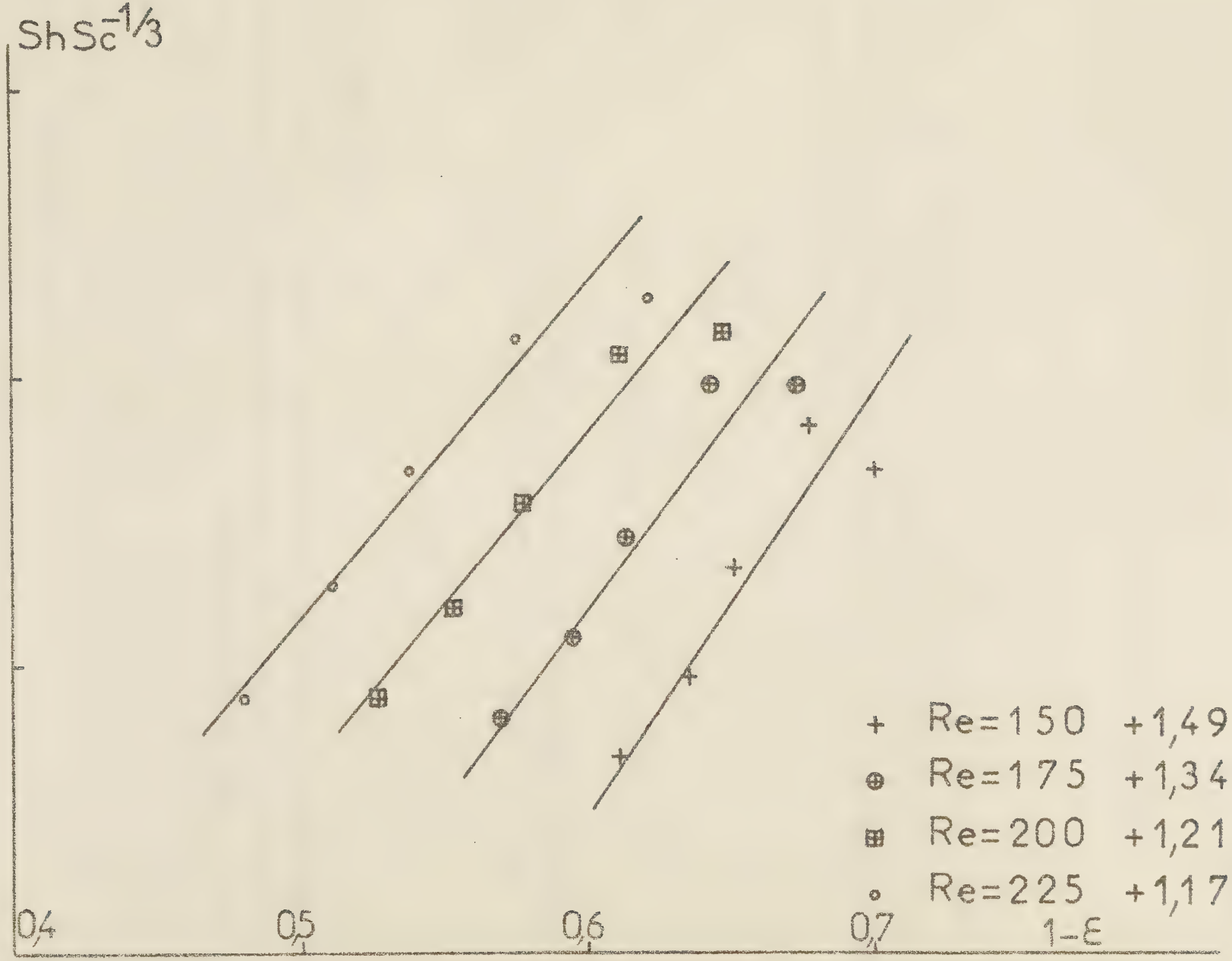


FIG. 31

Comme au paragraphe précédent la pente diminue lorsque Re augmente, et nous avons adopté comme valeur moyenne 1,3.

La relation représentant le transfert de matière diffusionnel s'écrit alors :

$$Sh = B\ (1 - \varepsilon)^{1,3}\ Re^{n}\ Sc^{1/3}$$

La figure 32 présente en échelles logarithmiques et dans le système de coordonnées $\left[\left(\frac{Sh\ Sc^{-1/3}}{(1-\varepsilon)^{1,3}}\right),\ Re\right]$ l'ensemble des résultats expérimentaux. Les points représentatifs se répartissent le long d'une droite. Nous avons déterminé par la méthode des moindres carrés :

$$B = 6,555 \cdot 10^{-1}$$

$$n = 0,95$$

soit : $$Sh = 6,555 \cdot 10^{-1}\ (1 - \varepsilon)^{1,3}\ Re^{0,95}\ Sc^{1/3}$$

L'écart entre les résultats expérimentaux et les valeurs correspondantes fournies par la relation peut atteindre 17 % et en moyenne est égal à 4,6 %.

3-3 - CONCLUSIONS.-

En ce qui concerne la représentation de nos mesures, les deux relations proposées sont également satisfaisantes. Les écarts entre les valeurs qu'elles permettent de calculer et les déterminations expérimentales étant du même ordre de grandeur ne constituent pas un critère valable de choix. Pour des raisons de simplicité, nous avons décidé d'utiliser dans la suite du travail la première des deux relations. Etant donné la précision de nos déterminations expérimentales nous adoptons pour B la valeur arrondie $5,4 \cdot 10^{-2}$ et nous obtenons finalement :

$$Sh = \frac{5,4 \cdot 10^{-2}}{\varepsilon^{2}}\ Re\ Sc^{1/3}$$

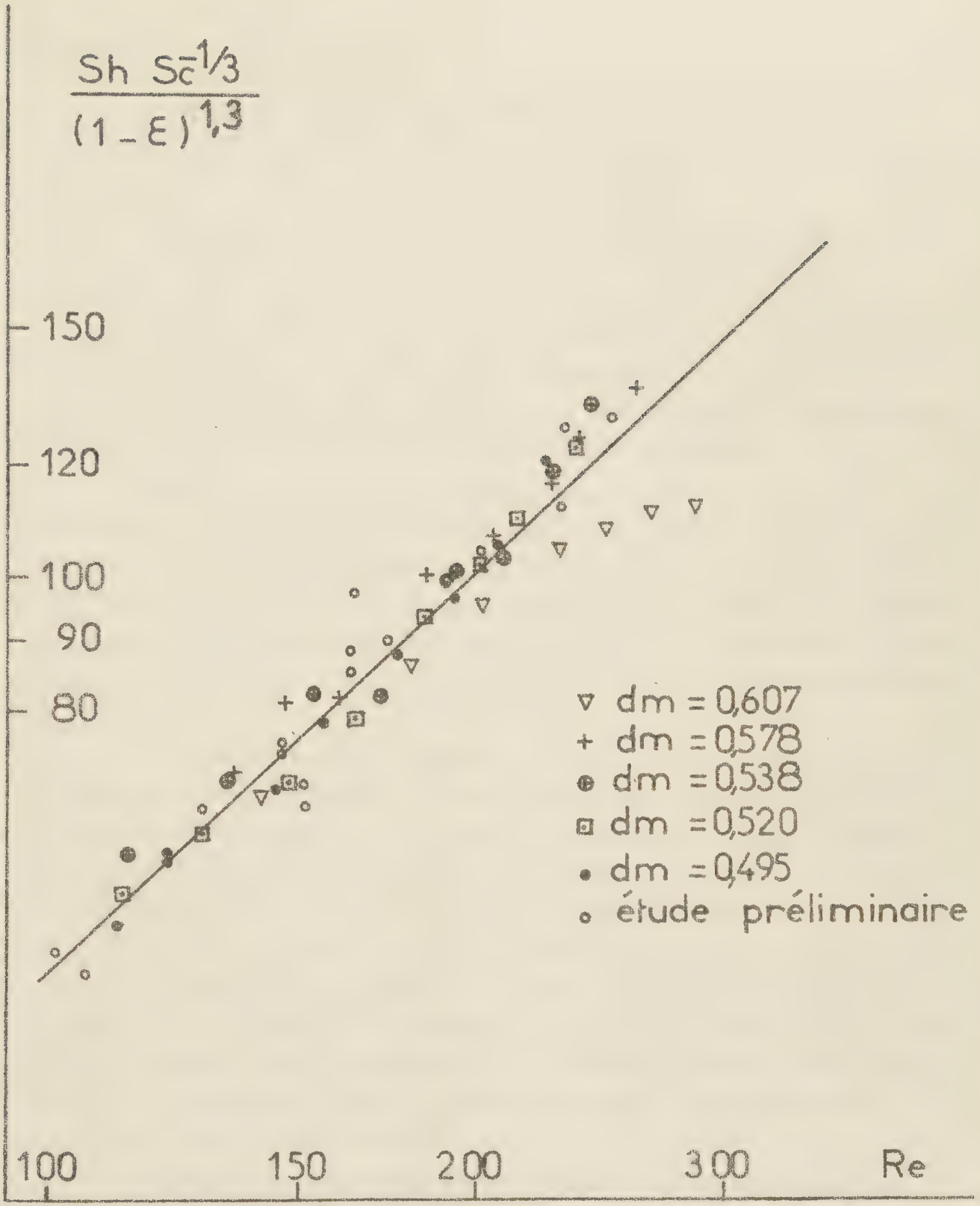

Sh Sc^1/3 / (1 - ε)^1,3
150
120
100
90
80
100
150
200
300
Re
▽ dm = 0,607
+ dm = 0,578
⊕ dm = 0,538
⊡ dm = 0,520
• dm = 0,495
○ étude préliminaire

FIG. 32

4 - DILUTION DES PARTICULES SOLIDES.-

La méthode de mesure des transferts de matière que nous avons utilisée jusqu'à présent nécessite une grande quantité de particules d'acide benzoïque dont la fabrication est longue et fastidieuse.

Aussi avons-nous voulu essayer de mettre au point une méthode de mesure avec dilution du produit solide actif par des particules inertes. Considérant les conclusions de l'étude effectuée avec des billes de verre, nous avons pensé qu'il était nécessaire d'utiliser des particules inertes de propriétés physiques aussi voisines que possible de celles des particules d'acide benzoïque. Notre choix s'est fixé sur des particules d'acide benzoïque protégées en surface par application d'une couche de peinture.

Après divers essais de caractère purement empirique, nous avons adopté une peinture cellulosique noire rendue très fluide par addition d'un diluant approprié. Les particules, trempées dans la peinture, sont ensuite égouttées puis séchées sur une toile métallique vibrée de façon à éviter leur agglomération. Les caractéristiques géométriques et physiques des particules inertes ainsi constituées sont à moins de 1 % près identiques à celles des particules actives.

Un inconvénient de ce procédé est que la charge de particules inertes a une durée de vie relativement courte. Malgré toutes les précautions prises au cours de l'application de la peinture et du séchage, il existe toujours sur certaines particules des parties non protégées ; de plus, au cours des diverses manipulations, d'autres points d'attaque apparaissent.

Il est très facile de suivre la détérioration des particules inertes par l'intermédiaire des variations de la masse totale de la charge. En général, au bout de 10 à 15 heures d'utilisation, les particules doivent être renouvelées. Les manipulations de pastillage et de peinture sont donc encore assez fréquentes ; cependant, le gain de temps par rapport à la méthode sans dilution du solide est appréciable.

Nous avons réalisé trois séries d'expériences correspondant aux conditions suivantes :

- Première série : eau en circuit ouvert, dix billes solubles.
- Deuxième série : eau en circuit fermé, dix billes solubles.
- Troisième série : eau en circuit fermé, vingt billes solubles.

Il est possible ici de travailler en circuit fermé sans que l'eau ne se charge de façon notable en acide benzoïque car la quantité dissoute lors de chaque expérience est très faible : l'avantage de ce système est de diminuer fortement la quantité de bulles d'air traversant la colonne et d'éviter ainsi que des particules d'acide benzoïque ne retiennent des bulles et ne se rassemblent à la surface supérieure de la couche de particules peintes.

Les résultats obtenus sont réunis tableaux 19 et représentés en échelles logarithmiques et dans le système de coordonnées $\left[(Sh\ Sc^{-1/3}\ \varepsilon^2), Re\right]$ figure 33. La représentation obtenue est linéaire et l'utilisation de la méthode des moindres carrés permet de proposer la relation

$$Sh = \frac{6,338 \cdot 10^{-2}}{\varepsilon^2}\ Re^{0,945}\ Sc^{1/3}$$

qui rend compte des résultats expérimentaux avec un écart maximum de 16 % et un écart moyen de 4,4 %.

Etant donné la précision des mesures, nous retiendrons :

$$Sh = \frac{6,3 \cdot 10^{-2}}{\varepsilon^2}\ Re^{0,95}\ Sc^{1/3}$$

La relation précédemment établie dans le cas de couches non diluées est également représentée figure 33 et on peut constater qu'il existe entre les deux groupes de résultats un écart de l'ordre de 10 %.

Malgré toutes les précautions prises pour utiliser des particules inertes de propriétés physiques et géométriques aussi voisines que possible de celles des billes actives, la dilution du produit solide a donc modifié l'intensité des transferts de matière.

Si nous revenons sur la divergence existant entre nos résultats en couche non diluée et ceux de MULLIN et TRELEAVEN [19], la constatation que nous venons de faire confirme l'explication que nous avons précédemment proposée et qui prenait en considération le fait que ces auteurs utilisent une technique avec dilution.

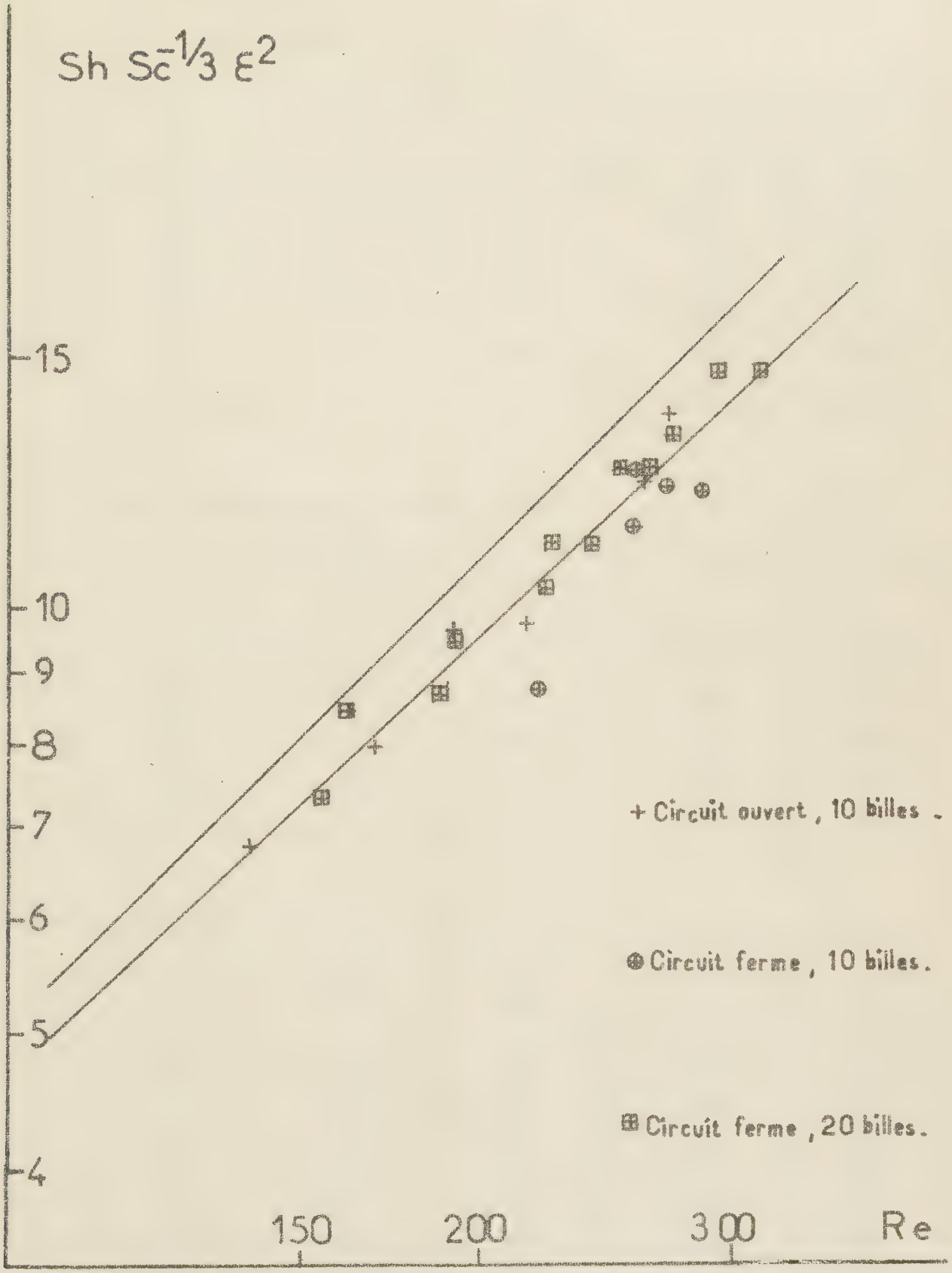

Sh Sc$^{-1/3}$ ε^2
15
10
9
8
7
6
5
4
150
200
300
Re
+ Circuit ouvert, 10 billes.
⊕ Circuit ferme, 10 billes.
⊞ Circuit ferme, 20 billes.

FIG. 33

TABLEAUX 19

1°) Eau en circuit ouvert ; 10 billes solubles

T (°C)	Re	Sh	Sc	ε
15,5	138	331	1700	0,494
15,4	169	317	1715	0,547
15,3	193	342	1720	0,578
15,2	216	342	1730	0,585
15,2	262	352	1730	0,646
15,1	272	382	1740	0,657

2°) Eau en circuit fermé ; 10 billes solubles

T (°C)	Re	Sh	Sc	ε
20,6	220	300	1250	0,560
20,8	256	352	1245	0,590
21,5	258	380	1198	0,591
20,4	270	353	1273	0,611
20,4	287	336	1273	0,625

3°) Eau en circuit fermé ; 20 billes solubles

T (°C)	Re	Sh	Sc	ε
20,0	155	310	1300	0,507
21,3	162	334	1200	0,518
20,0	188	326	1300	0,539
21,0	193	333	1225	0,552
21,5	224	335	1198	0,570
21,1	225	360	1230	0,575
19,5	240	344	1332	0,595
21,0	252	358	1225	0,612
20,4	264	352	1273	0,618
21,0	275	321	1225	0,663
21,0	295	341	1225	0,678
20,8	316	332	1245	0,692

Remarque :

Nous avons tracé figure 34 les variations du degré de vide des couches diluées en fonction du nombre de REYNOLDS. En coordonnées logarithmiques la valeur 2,14 trouvée pour la pente de la droite moyenne est en accord avec nos résultats précédents. La dispersion des points représentatifs est due à la détérioration progressive des charges de particules inertes. Notons qu'il ne faut certainement pas attribuer l'écart entre résultats avec dilution et sans dilution à ces variations de degré de vide, car elles sont prises en considération dans les relations représentant le transfert de matière.

5 - CONCLUSIONS.-

L'analyse bibliographique et l'étude critique que nous avons effectuées ont permis de montrer que le phénomène de transfert de matière par diffusion entre les particules solides et le liquide constituant une couche fluidisée est mal connu, et en outre que les techniques expérimentales utilisées par certains auteurs sont loin d'être parfaites. En particulier nous avons émis de sérieuses réserves en ce qui concerne les résultats obtenus par ROWE et CLAXTON [20]. Nous avons cependant retenu que le phénomène peut être convenablement représenté par une relation exponentielle entre les nombres de REYNOLDS, SHERWOOD, SCHMIDT et le degré de vide, de la forme :

$$Sh = B'' \, \varepsilon^{m} \, Re^{n} \, Sc^{1/3}$$

Ainsi que l'étude bibliographique l'avait laissé supposer, des mesures préliminaires ont mis en évidence un désaccord marqué entre nos résultats et ceux relevés dans la littérature. Après avoir effectué un certain nombre de vérifications dont les conclusions ont été satisfaisantes, nous avons pu préciser par voie expérimentale les causes de l'écart entre nos résultats et ceux de ROWE et CLAXTON et montrer qu'elles sont liées à l'utilisation par ces auteurs d'une méthode imparfaite. Bien qu'il ne nous ait pas été possible d'être aussi précis en ce qui concerne les résultats des autres auteurs, nous avons cependant avancé un certain nombre de raisons qui permettent de rendre compte de façon plausible des écarts enregistrés. En conclusion nous avons estimé que notre technique expérimentale était convenable et nous l'avons utilisée pour la suite du travail.

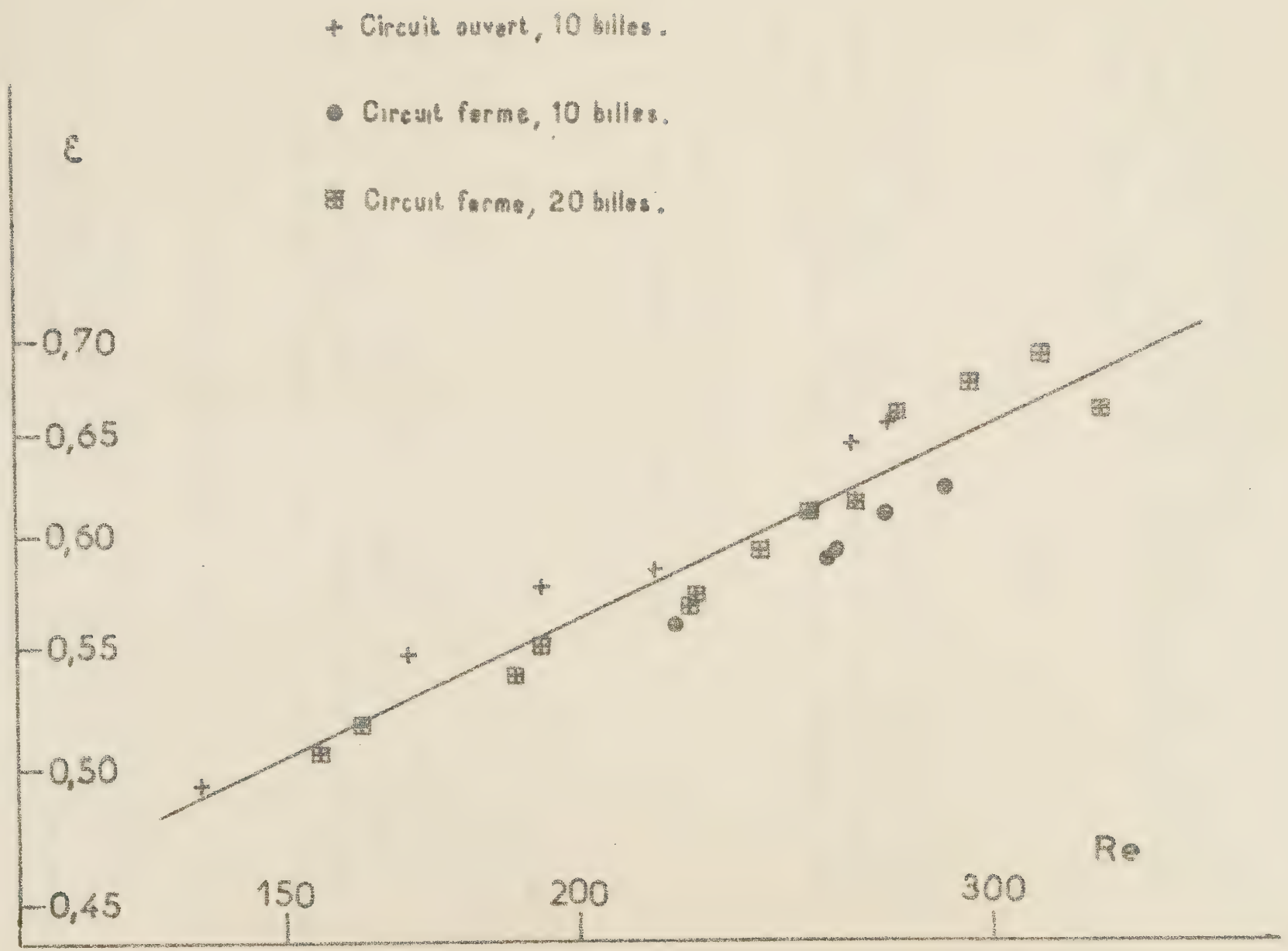

+ Circuit ouvert, 10 billes.
● Circuit ferme, 10 billes.
⊞ Circuit ferme, 20 billes.
ε
0,70
0,65
0,60
0,55
0,50
0,45
150
200
300
Re

FIG. 34

Nous avons ensuite proposé une méthode originale permettant d'évaluer de façon indépendante les influences, sur le transfert de matière, du degré de vide et du nombre de REYNOLDS, à partir de valeurs expérimentales mesurées en couche fluidisée uniquement. Il est évidemment possible de représenter les résultats obtenus sous plusieurs formes différentes, mais nous avons finalement retenu la relation :

$$Sh = \frac{5,4 \cdot 10^{-2}}{\varepsilon^2} \; Re \; Sc^{1/3}$$

Les écarts entre les déterminations expérimentales et les valeurs correspondantes fournies par la relation sont de 4,5 % en moyenne et peuvent atteindre 20 %. De façon à préciser le domaine de validité de la relation nous rappelons les limites de variation des grandeurs expérimentales importantes :

Diamètre des particules : $4,9 < d_m < 6,1$ mm

Nombre de REYNOLDS : $100 < Re < 300$

Degré de vide : $0,49 < \varepsilon < 0,71$

De façon à mettre au point pour la suite une technique expérimentale d'utilisation plus commode, nous avons mesuré le transfert de matière dans le cas d'une couche constituée de particules actives diluées par des particules inertes. Bien que nous ayons apporté le plus grand soin à fabriquer des particules inertes aussi semblables que possible aux particules actives, il existe un écart non négligeable entre les résultats que nous avons obtenus et ceux correspondant aux couches non diluées. Nous avons proposé la relation :

$$Sh = \frac{6,3 \cdot 10^{-2}}{\varepsilon^2} \; Re^{0,95} \; Sc^{1/3}$$

Avant de terminer, il convient de rappeler que le but poursuivi au cours de cette partie de notre travail était de mesurer l'intensité du transfert de matière en couche fluidisée, de façon à pouvoir ultérieurement déterminer l'influence sur ce transfert d'une pulsation du courant liquide.

En ce domaine les résultats obtenus semblent satisfaisants puisque non seulement nous avons établi une relation représentant le transfert de matière en couche non diluée, mais encore nous proposons une seconde technique de mesure mettant en oeuvre des couches diluées. En outre, nous pensons que les conclusions de l'étude critique des résultats fournis par la littérature et la nouvelle méthode de mesure de l'influence du degré de vide permettent d'envisager la réalisation d'autres travaux qui devraient grandement améliorer notre connaissance des phénomènes de transfert de matière en fluidisation liquide.

o

o o

- C H A P I T R E 5 -

INFLUENCE DE LA PULSATION SUR LE TRANSFERT DE MATIERE PAR DIFFUSION EN FLUIDISATION LIQUIDE

— o —

1 - INTRODUCTION.-

Nous possédons maintenant les diverses données nous permettant d'entreprendre la mesure de l'influence de la pulsation sur les transferts de matière entre le solide et le liquide constituant une couche fluidisée.

Lors de l'étude des transferts de matière en couches fluidisées nous avons admis que l'utilisation des quatre nombres adimensionnels Re, Sh, Sc et ε permet de rendre compte entièrement du phénomène et que, dans ces conditions, le diamètre des particules solides ne constitue plus une variable directe du problème. Cette hypothèse constitue le point de départ de la méthode que nous avons utilisée pour déterminer l'influence du degré de vide sur le transfert de matière et nous pensons que les résultats obtenus constituent une justification a postériori satisfaisante.

Dans le cas d'une couche pulsée cette hypothèse ne semble plus valable. En effet, au cours de l'étude hydrodynamique nous avons déjà indiqué que, à fréquence et volume pulsé constants, le débit instantané induit par le pulseur est d'autant plus important devant le débit de la pompe que le diamètre des particules est petit. Dans ces conditions nous avons décidé de travailler avec des particules de diamètre constant et nous avons choisi 6 mm, valeur correspondant au produit directement fourni par la machine à comprimer.

Expérimentalement, les variables restant à notre disposition sont alors au nombre de trois, le débit d'eau, le volume pulsé et la fréquence de pulsation. Nous avons décidé de considérer les caractéristiques de la pulsation comme des paramètres et le débit d'eau comme seule variable, et nous avons mesuré les variations du transfert de matière en fonction du débit d'eau pour trois valeurs du volume pulsé 58, 116 et 174 cm^3 et trois valeurs de la fréquence 50, 100 et 150 pulsations par minute.

L'étude hydrodynamique de l'influence de la pulsation a montré que la couche n'est entièrement fluidisée que si le débit est au moins supérieur à 1,3 fois le débit minimum de fluidisation sans pulsation (cf chapitre 3). Les observations que nous avons pu faire au cours des mesures de transfert de matière rapportées au chapitre précédent indiquent que le débit minimum de fluidisation des particules d'acide benzoïque, variable suivant les charges, est de l'ordre de 1,9 à 2,0 m^3/h ; ceci correspond pour le nombre de

REYNOLDS de la particule à des valeurs de l'ordre de 95 à 100 à 15°C et de 110 à 115 à 20°C. Nous en déduisons les limites inférieures du nombre de REYNOLDS pour que la couche pulsée soit fluidisée, à savoir de 120 à 130 à 15°C et de 140 à 150 à 20°C.

L'appareillage et les techniques de mesure du transfert de matière ont déjà été décrits chapitres 1, 3 et 4.

2 - RESULTATS.-

Tout d'abord, à l'aide de huit charges de particules d'acide benzoïque utilisées chacune deux fois, nous avons mesuré les variations de l'intensité du transfert de matière en fonction du débit d'eau pour $V = 116\ cm^3$ et $f = 100\ mn^{-1}$ et pour $V = 174\ cm^3$ et $f = 150\ mn^{-1}$, soit dans des conditions de pulsation moyennes puis intenses. Les résultats obtenus sont réunis dans les tableaux 20 et représentés en échelles logarithmiques et dans le système de coordonnées $\left[(Sh\ Sc^{-1/3}\varepsilon^2), Re\right]$ figure 35.

Toutes les autres mesures ont été effectuées en utilisant la technique de dilution du solide. Les résultats obtenus sont réunis dans les tableaux 21 et représentés figure 36.

Sur les figures 35 et 36 nous avons également tracé les droites représentant les résultats obtenus au chapitre précédent dans le cas des couches non pulsées. Il apparaît très clairement à l'examen des deux figures que la pulsation ne modifie pas la relation entre les groupes adimensionnels $Sh\ Sc^{-1/3}\ \varepsilon^2$ et Re. Comme nous savons que la pulsation ne modifie pas les propriétés d'expansion de la couche (voir chapitre 3), nous pouvons déduire de l'invariance du nombre adimensionnel $Sh\ Sc^{-1/3}\ \varepsilon^2$ que, pour une valeur déterminée du nombre de REYNOLDS, la pulsation n'a aucune influence sur l'intensité du transfert de matière, c'est-à-dire sur la valeur du coefficient d'échange.

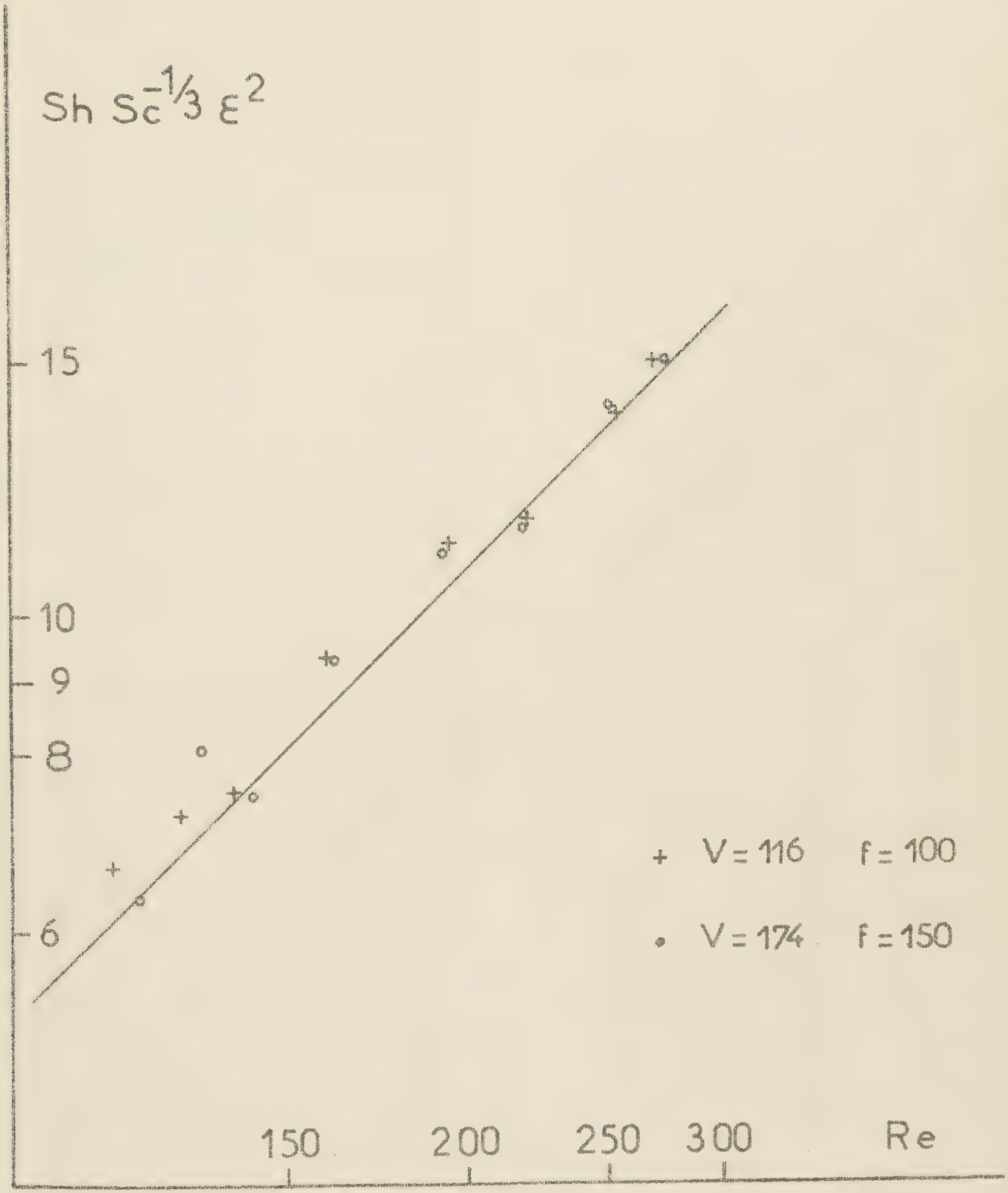


FIG. 35

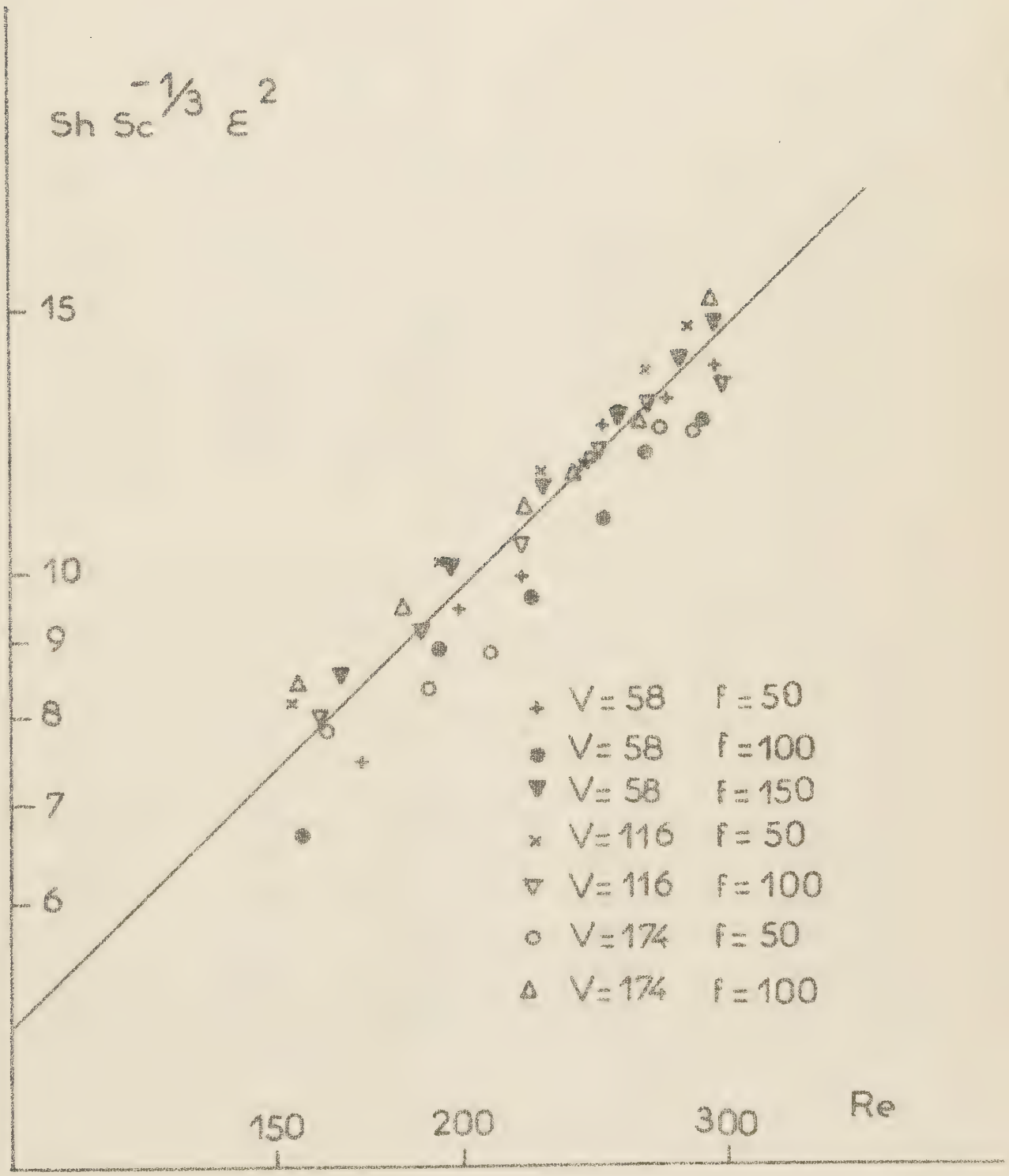

Sh Sc^-1/3 ε^2
15
10
9
8
7
6
150
200
300
Re
V = 58 f = 50
V = 58 f = 100
V = 58 f = 150
V = 116 f = 50
V = 116 f = 100
V = 174 f = 50
V = 174 f = 100

FIG. 36

TABLEAUX 20

Transfert de matière en couches fluidisées pulsées

1°) V = 116 cm^3, f = 100, d_m = 0,596 cm

T (°C)	Re	Sh	Sc	ε
14,8	114	354	1778	0,478
14,7	127	357	1788	0,497
14,5	138	354	1810	0,510
14,4	160	405	1825	0,532
14,5	195	406	1810	0,580
14,4	222	382	1825	0,612
14,7	255	412	1788	0,641
14,3	271	430	1831	0,656

2°) V = 174 cm^3, f = 150, d_m = 0,598 cm

T (°C)	Re	Sh	Sc	ε
15	119	346	1750	0,470
15	131	400	1750	0,492
15,2	142	360	1730	0,500
15	162	398	1750	0,532
14,8	193	410	1775	0,572
14,5	220	394	1810	0,598
14,5	253	428	1810	0,632
14,5	276	433	1810	0,654

TABLEAUX 21

Transfert de matière en couches fluidisées pulsées

1°) V = 58 cm^3

f = 50

T (°C)	Re	Sh	Sc	ε
24,0	172	308	1030	0,495
22,0	200	335	1155	0,544
20,3	220	320	1280	0,579
21,2	250	354	1220	0,615
21,2	276	340	1220	0,640
21,1	298	337	1230	0,662

f = 100

T (°C)	Re	Sh	Sc	ε
21,2	157	298	1220	0,488
21,2	194	333	1220	0,534
20,8	224	328	1245	0,564
20,8	250	340	1245	0,588
20,8	268	350	1245	0,608
21,1	292	348	1230	0,624

f = 150

T (°C)	Re	Sh	Sc	ε
21,6	167	349	1180	0,510
21,5	196	364	1190	0,544
21,5	228	366	1190	0,575
21,7	256	366	1175	0,605
21,5	282	368	1190	0,634
21,2	298	368	1220	0,652

TABLEAUX 21 (suite)

2°) V = 116 cm^3

f = 50

T (°C)	Re	Sh	Sc	$\mathcal{E}$
21,5	154	328	1190	0,515
21,3	193	348	1200	0,557
21,0	226	358	1225	0,593
20,0	242	335	1300	0,620
19,9	268	368	1310	0,638
19,2	285	376	1370	0,665

f = 150

T (°C)	Re	Sh	Sc	$\mathcal{E}$
22,0	161	331	1155	0,503
20,5	188	350	1255	0,535
20,8	221	364	1245	0,569
20,4	248	368	1273	0,598
20,0	270	370	1300	0,616
21,5	301	355	1190	0,634

3°) V = 174 cm^3

f = 50

T (°C)	Re	Sh	Sc	$\mathcal{E}$
21,3	162	333	1210	0,501
20,5	191	330	1255	0,521
18,2	210	316	1450	0,563
20,5	246	378	1255	0,585
20,2	272	376	1285	0,601
20,2	290	356	1285	0,619

f = 100

T (°C)	Re	Sh	Sc	$\mathcal{E}$
19,8	156	344	1320	0,518
19,8	184	346	1320	0,549
19,5	222	349	1335	0,591
19,6	240	350	1330	0,607
19,8	266	354	1320	0,626
20,7	296	391	1245	0,650

3 - CONCLUSIONS.-

Deux idées bien distinctes nous avaient conduit à entreprendre cette étude de l'influence d'une pulsation du courant liquide alimentant une unité de fluidisation sur le transfert diffusionnel de matière entre les particules solides et le liquide constituant la couche. Tout d'abord, nous pensions que la pulsation était susceptible d'augmenter l'intensité des transferts et pourrait donc constituer un procédé intéressant dans la pratique. Ensuite, nous espérions que nous pourrions déduire des résultats de notre étude des renseignements permettant de préciser le mécanisme des transferts de matière entre phase continue et gouttelettes de phase dispersée lors de l'extraction liquide-liquide en colonne pulsée.

En ce qui concerne le premier point, l'expérience montre que, dans le domaine que nous avons étudié, la pulsation n'a aucune influence sur l'intensité des transferts de matière. Il apparaît donc qu'aucune réduction de dimension des réacteurs en fluidisation liquide ne peut résulter de l'utilisation de ce procédé.

Malgré ce résultat négatif, il pourrait être intéressant, d'un point de vue fondamental, d'essayer de rendre compte des résultats obtenus. En ce domaine, les études hydrodynamiques que nous avons effectuées ne nous sont d'aucun secours car elles portaient sur les propriétés d'ensemble de la couche, alors que l'interprétation des phénomènes de transfert de matière fait appel aux caractéristiques locales des écoulements au niveau d'une particule. Certains travaux relatifs à ces propriétés locales ont déjà été effectués à l'INSTITUT du GENIE CHIMIQUE, et d'autres sont actuellement en cours. Les premiers considéraient la chute d'une particule solide au sein d'un milieu liquide pulsé, en régime laminaire, c'est-à-dire pour des valeurs du nombre de REYNOLDS par rapport à la particule inférieures à 1 [24]; comme nous avons envisagé un domaine de nombres de REYNOLDS compris entre 100 et 300, les résultats qui ont été obtenus ne nous sont pas utiles. Les travaux actuellement en cours ont trait à la chute de gouttes dans un milieu pulsé, en régime turbulent, et fourniront peut être des renseignements intéressants. Dès à présent, les premiers résultats semblent indiquer que la vitesse relative d'écoulement du liquide par rapport à la goutte varie dans des proportions importantes au cours d'un cycle de pulsation [25]. Si nous extrapolons ce

résultat au cas qui nous intéresse, la constance du transfert de matière résulterait d'un effet de compensation entre de faibles valeurs du transfert de matière correspondant à des vitesses instantanées faibles, et des valeurs élevées correspondant à des vitesses importantes. Précisons cependant que l'explication que nous proposons est extrêmement simplifiée et qu'il n'est pas certain que les caractéristiques hydrodynamiques correspondant à une goutte isolée soient applicables dans le cas d'une couche de particules.

L'extrapolation de nos résultats dans le domaine de l'extraction liquide-liquide pose un certain nombre de problèmes que nous allons essayer d'exposer brièvement.

Le premier a trait aux phénomènes de coalescence puis de redispersion des gouttes, très fréquents en extraction et qui, en créant un renouvellement de l'interface entre les deux phases, modifient la cinétique des transferts diffusionnels. Nous n'envisagerons dans la suite que des cas pour lesquels les coalescences et redispersions seraient inexistantes ou de très faible importance.

Une seconde difficulté est liée à l'existence éventuelle de phénomènes de circulation à l'intérieur de la goutte qui, en conférant une certaine mobilité à l'interface, perturbent les caractéristiques hydrodynamiques du côté de la phase continue. Nos résultats ne sont évidemment utilisables que si l'interface peut être considérée comme rigide, c'est-à-dire si les gouttes sont de dimensions suffisamment faibles ou bien si l'interface est stabilisée par un produit tensio-actif.

Alors, il semble légitime de faire une analogie entre une couche fluidisée et le mélange de deux liquides immiscibles rencontré à l'intérieur d'une colonne pulsée : les vitesses d'écoulement relatif, les différences de masse spécifique entre les deux phases sont généralement du même ordre de grandeur. Nous voulons cependant mettre en évidence deux différences susceptibles d'atténuer la portée de nos conclusions : les particules d'acide benzoïque ont des dimensions supérieures à celles des gouttes de phase dispersée habituellement rencontrées en extraction et les conditions de pulsation que nous avons mises en oeuvre sont moins intenses que celles généralement utilisées en extraction.

Dans le cadre des hypothèses précédentes, et avec les réserves imposées par les différences dans les conditions opératoires, nous pensons qu'il est possible d'étendre au domaine de l'extraction liquide-liquide les conclusions obtenues en fluidisation : la pulsation ne modifierait pas la cinétique de l'étape de diffusion externe d'un transfert de matière entre la phase continue et les gouttes de phase dispersée et on devrait pouvoir utiliser pour le calcul prévisionnel des valeurs du coefficient d'échange mesurées en l'absence de pulsation.

Nous ne saurions terminer sans indiquer que, d'un point de vue pratique, les diverses conditions que nous avons énumérées avant de pouvoir extrapoler nos conclusions au domaine de l'extraction liquide-liquide semblent assez bien satisfaites dans le cas d'une colonne pulsée fonctionnant en régime d'émulsion.

o

o o

- C O N C L U S I O N S -

Au cours de ce travail, notre propos était de déterminer l'influence d'une pulsation du courant liquide alimentant une unité de fluidisation sur un certain nombre de propriétés de la couche, soit hydrodynamiques, soit ayant trait aux transferts diffusionnels de matière entre le solide et le liquide. Paradoxalement, les résultats que nous avons obtenus en ce domaine nécessitent peu de commentaires, et c'est au sujet de travaux préliminaires relatifs aux couches fluidisées sans pulsation que nos conclusions seront les plus longues.

En effet, l'impression générale qui se dégage de l'étude de l'influence de la pulsation est qu'elle modifie très peu les propriétés des couches en fluidisation liquide. Du point de vue hydrodynamique cependant, nous avons observé l'apparition d'un état nouveau, que nous avons appelé semi-fluidisé et qui est caractérisé par une succession de mises en fluidisation et de retours à l'état fixe s'effectuant à la fréquence de pulsation. La transition entre les états fixe et fluidisé se faisant très progressivement, nous n'avons pas pu définir de débit minimum de fluidisation et nous avons dû nous limiter à indiquer que la couche est généralement complètement fluidisée lorsque le débit atteint des valeurs de l'ordre de 1,3 à 1,5 fois le débit minimum sans pulsation. Par contre, les propriétés d'expansion sont, en première approximation, indépendantes de la pulsation et la loi de RICHARDSON et ZAKI [11] reste valable dans le cas des couches pulsées.

Poursuivant l'étude de l'influence de la pulsation, nous avons observé qu'elle ne modifie pas l'intensité du transfert diffusionnel de matière entre le solide et le liquide ; le résultat obtenu est donc négatif, la pulsation ne permet pas d'envisager de réduction de dimension des réacteurs fluidisés. Cependant, il est possible, dans certaines conditions, de déduire de cette constatation des renseignements intéressants au sujet du mécanisme du transfert de matière en extraction liquide-liquide. Si de nouveaux travaux devaient être entrepris dans ce domaine, nous pensons qu'il conviendrait de les orienter davantage vers l'étude des phénomènes locaux et qu'en particulier il serait intéressant de préciser les caractéristiques des mouvements relatifs du liquide par rapport à une particule située au sein de la couche ; il serait ainsi possible d'obtenir des renseignements permettant de rendre compte de la constance du transfert de matière.

Nous ne pouvions aborder l'étude de l'influence de la pulsation sans avoir dans une première étape recherché les propriétés des couches fluidisées non pulsées.

Dès le début de ce travail, nous avons noté l'existence au sein des couches que nous obtenions de passages préférentiels intenses. Le manque de renseignements précis sur ce phénomène hydrodynamique et surtout sur les moyens à mettre en oeuvre pour le supprimer nous a amené à entreprendre une étude annexe importante. Bien que dans notre cas l'observation directe de la couche ait été possible, nous avons voulu éliminer de notre travail tout caractère subjectif en utilisant un système de détection simple grâce auquel nous avons pu suivre les évolutions de structure des couches fluidisées. Nous avons alors modifié l'appareillage et mis au point des dispositifs expérimentaux qui, à la précision du système de détection, fournissent des couches sans passage préférentiel. En outre, en comparant les propriétés hydrodynamiques de couches avec et sans passage préférentiel, nous avons précisé la nature des perturbations dues à ce phénomène parasite. Ces perturbations sont bien souvent importantes et nous pensons qu'il est primordial, avant d'entreprendre quelqu'étude que ce soit, de vérifier que l'appareillage utilisé est convenable et permet d'obtenir des couches sans passage préférentiel. Si cette précaution n'est pas prise, les grandeurs mesurées ne correspondent plus aux propriétés naturelles des couches fluidisées, et il est bien possible qu'on trouve là l'explication de certaines divergences entre résultats expérimentaux d'origines diverses.

L'analyse des propriétés du transfert diffusionnel de matière en fluidisation liquide fait appel à des techniques expérimentales longues et fastidieuses et, dans notre cas, la tâche a été rendue plus délicate encore par l'existence d'un désaccord important entre nos résultats et ceux disponibles dans la littérature. En effet, bien que nous ayons découvert diverses imperfections dans les techniques mises en oeuvre par certains chercheurs et que notre méthode de mesure n'ait été prise en défaut par aucune des vérifications que nous avons effectuées, il était difficile de rendre compte de l'écart observé avant que nous ne retrouvions, en utilisant leur mode opératoire, des résultats identiques à ceux de ROWE et CLAXTON [20]. Ainsi nous montrions par voie expérimentale que le désaccord entre nos résultats et ceux de ROWE et CLAXTON

est dû à l'utilisation par ces auteurs d'une méthode de mesure imparfaite. Une telle démonstration, effectuée il est vrai en ce qui concerne une seule source bibliographique, nous a cependant paru décisive.

Dans ces conditions nous avons poursuivi notre étude en proposant une nouvelle méthode de détermination des variations du transfert de matière en fonction du degré de vide et du nombre de REYNOLDS. Il nous faut rappeler que pour un système fluidisé donné ces deux grandeurs, reliées par la relation de RICHARDSON et ZAKI [11], varient simultanément et qu'il est donc impossible d'étudier séparément leurs influences. Les quelques travaux effectués jusqu'à présent avaient utilisé des assemblages rigides de particules, supposés constituer des modèles valables de couches fluidisées. Moyennant une hypothèse sur la forme de la relation représentant le transfert de matière, que d'ailleurs nos résultats vérifient a postériori, la méthode que nous proposons permet de déterminer de façon séparée les influences du degré de vide et du nombre de REYNOLDS à condition de considérer plusieurs systèmes fluidisés constitués à l'aide de particules solides de dimensions différentes. Dans le cas particulier du système eau-acide benzoïque et dans les limites du domaine expérimental étudié, nous avons ainsi pu proposer la relation :

$$Sh = \frac{5,4 \cdot 10^{-2}}{\varepsilon^2} \; Re \; Sc^{1/3}$$

qui représente les résultats expérimentaux avec un écart moyen de 4,5 %.

En ce qui concerne la réalisation éventuelle de nouveaux travaux, nous avons déjà indiqué quelle orientation devrait, à notre avis, être choisie dans le cas des couches pulsées. Nous pensons cependant que c'est dans le domaine des couches non pulsées que doit s'exercer l'effort le plus important. Le problème des passages préférentiels ne mérite peut être pas de retenir longtemps l'attention dans la mesure où il suffit de s'assurer qu'on a réussi à obtenir des couches dépourvues de ces hétérogénéités. Par contre, nous pensons qu'il est nécessaire d'effectuer de nombreux travaux à propos des transferts de matière, de façon à élargir le domaine expérimental exploré. Tout d'abord, il faudrait poursuivre l'étude avec le même système en envisageant des valeurs plus élevées du degré de vide, puis en utilisant des particules de dimensions

différentes. Ensuite, il conviendrait de changer de système et de reprendre l'ensemble de l'étude précédente. Enfin, nous pensons qu'il serait intéressant de comparer les résultats obtenus dans des colonnes de diamètres différents afin de préciser s'il existe un problème d'extrapolation. Les voies nouvelles qui s'ouvrent à la recherche à l'issue de cette étude sont donc nombreuses, en particulier dans le domaine des transferts de matière en couches fluidisées, et les équipes de chercheurs de l'INSTITUT du GENIE CHIMIQUE devront encore effectuer de nombreux travaux avant d'aboutir à une connaissance satisfaisante de tous les phénomènes mis en jeu.

—— oOo ——

- BIBLIOGRAPHIE -

1 - ANDRIEU R. - Thèse de Docteur d'Université, Nancy, (1956).

2 - HASSETT N.J. - Brit. Chem. Eng., 6, 777, (1961).

3 - HARRISON D., DAVIDSON J.F. et de KOCK J.W. - Trans. Instn. Chem. Engrs. 39, T 204, (1961).

4 - LAWSON A. et HASSETT N.J. - "Proceedings of the International Symposium on Fluidization", Eindhoven, Netherlands University Press, p. 113, (1967).

5 - RYAN E.J., SMITH J.W. et HUMMEL R.L. - "Proceedings of the International Symposium on Fluidization", Eindhoven, Netherlands University Press, p. 74, (1967).

6 - VANECEK V. et HUMMEL R.L. - Tripartite Chemical Engineering Conference, Symposium on Fluidization III - Montréal 22-25 Sept. 1968.

7 - VOLPICELLI G., MASSIMILLA L. et ZENZ F.A. - Chem. Eng. Progr. Symp. Ser., 62, 67, 42 (1966).

8 - TRUPP A.C. - Tripartite Chemical Engineering Conference, Symposium on Fluidization III, Montréal, 22-25 Sept. 1968.

9 - SCARLETT B. et BLOGG M.J. - "Proceedings of the International Symposium on Fluidization" Eindhoven, Netherlands University Press, p. 82, (1967).

10 - HANDLEY D., DORAISAMY A., BUTCHER K.L. et FRANKLIN N.L. - Trans. Instn. Chem. Engrs, 44, T - 260, (1966).

11 - RICHARDSON J.F. et ZAKI W.N. - Trans. Instn. Chem. Engrs, 32, T 25, (1954).

12 - HOGG G.W. et GRIMMETT E.S. - Chem. Eng. Progr., Symp. Ser. 62, 67, 51,(1966).

13 - TRELEAVEN R.L. - Ind. Chemist., 38, 5, 231, (1962).

14 - NOYES A.A. et WITNEY W.R. - J. Amer. Chem. Soc., 19, 930, (1897).

15 - UNAHABHOKHA R., Ph. D. Thesis, University College, Londres, (1968).

16 - Mc CUNE L.K. et WILHELM R.H. - Ind. Eng. Chem., 41, 1124, (1949).

17 - EVANS G.C. et GERALD C.F. - Chem. Eng. Progr., 49, 135, (1953).

18 - FAN L.T., YANG Y.C. et WEN C.Y. - A.I.Ch.E. Journal, 6, 482, (1960).

19 - MULLIN J.W. et TRELEAVEN C.R. - Paper Congr. European Fed. Chem. Engrs., 3 rd., London, B 66 - B 73, (1962).

20 - ROWE P.N. et CLAXTON K.T. - Trans. Instn. Chem. Engrs., 43, T 321, (1965).

21 - Internationl Critical Tables - Mc Graw Hill (1933).

22 - LINTON W.H. et SHERWOOD T.K. - Chem. Eng. Progr., 46, 258, (1950).

23 - STEELE L.R. et GEANKOPLIS C.J. - A.I. Ch.E. Journal, 5, 178, (1959).

24 - MOLINIER J. - Thèse de Docteur Ingénieur, Université de Toulouse (1970).

25 - CHONOWSKY A. - Communication personnelle (Thèse d'Université en préparation).

-:-:-:-:-:-:-:-

- NOMENCLATURE -

A, B, K, H : constantes courantes

m, n, p : exposants courants

$\mathcal{A}$: aire d'échange, m^2

C : concentration, kg/m^3

C* : concentration à saturation, kg/m^3

c : indice de "renardage"

D : diffusivité, m^2/s

d_m : diamètre moyen des particules, m

f : fréquence de pulsation, cycle/minute

g : accélération de la pesanteur, m/s^2

k : coefficient de transfert de matière, m/s

L : hauteur de la couche, m

M : masse de produit solide, kg

m : quantité de matière dissoute par unité de temps, kg/s

N : nombre de particules constituant la couche

P : pression, mm d'eau

Q : débit d'eau, m^3/s

S : section droite de la colonne, m^2

t : temps, s

T : température, °C

u_o : vitesse de l'eau dans la colonne supposée vide , m/s

V : volume pulsé, cm^3

γ : fraction de temps pendant laquelle la couche est fluidisée

ε : degré de vide de la couche

ρ_s : masse spécifique du solide, kg/m^3

ρ_l : masse spécifique du liquide, kg/m^3

η : $\dfrac{\text{débit d'eau}}{\text{débit au minimum de fluidisation}}$

μ : viscosité du liquide, Poiseuille

ΔP : perte de charge subie par le liquide, mm H_2O

Re : Nombre de REYNOLDS, $Re = \dfrac{d_m \, u_o \, \rho_l}{\mu}$

Sh : nombre de SHERWOOD, $Sh = \dfrac{k \, d_m}{D}$

Sc : nombre de SCHMIDT, $Sc = \dfrac{\mu}{\rho_l \, D}$

-:-:-:-:-:-:-